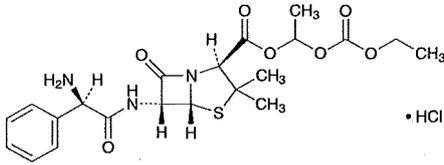


1 バカンピシリン塩酸塩

2 Bacampicillin Hydrochloride

3 塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル

4 塩酸バカンピシリン



5

6  $C_{21}H_{27}N_3O_7S \cdot HCl$  : 501.98

7 1-Ethoxycarboxyloxyethyl(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-

8 2-phenylacetamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-

9 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

10 [37661-08-8]

11 本品はアンピシリンのエトキシカルボニルオキシエチルエ  
12 ステルの塩酸塩である。

13 本品は定量するとき、換算した脱水物 1mg 当たり  
14 626 $\mu$ g(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、アンピシ  
15 リン( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$  : 349.40)としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、特異なおいが  
17 ある。

18 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に  
19 やや溶けやすい。

20 確認試験

21 (1) 本品のメタノール溶液(1→1000)につき、紫外可視吸  
22 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
23 スペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸  
24 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  
25 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  
26 度の吸収を認める。

27 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
28 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
29 品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品のスペ  
30 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  
31 ろに同様の強度の吸収を認める。

32 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
33 する。

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +140～+170°(脱水物に換算したも  
35 の0.1g, エタノール(95), 25mL, 100mm)。

36 純度試験

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

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

42 (3) 遊離アンピシリン 本品約0.1gを精密に量り、  
43 100mLの分液漏斗に入れ、氷冷した水15mLを正確に加えて  
44 溶かし、氷冷したpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液10mL  
45 を正確に加えて振り混ぜた後、氷冷したクロロホルム25mL  
46 を加えて振り混ぜる。クロロホルム層を除き、氷冷したクロ

47 ロホルム25mLずつで同様の操作を更に2回繰り返す。水層  
48 を遠心分離し、上澄液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別  
49 にアンピシリン標準品約20mgに対応する量を精密に量り、  
50 水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
51 り、pH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液10mL及び水を加え  
52 て正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
53 液それぞれ10mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液2mL  
54 ずつを正確に加え、正確に15分間放置した後、それぞれの  
55 液に1mol/L塩酸試液2mL, pH4.6の0.3mol/Lフタル酸水素  
56 カリウム緩衝液10mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLをそれ  
57 ぞれ正確に加え、遮光して正確に20分間放置する。次に、  
58 それぞれの液を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
59 (2.50)する。ただし、滴定の終点は液の色が無色に変わる  
60 ときとする。別に、試料溶液及び標準溶液それぞれ10mLを  
61 正確に量り、pH4.6の0.3mol/Lフタル酸水素カリウム緩衝液  
62 10mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mLをそれぞれ正確に加え、  
63 同様の方法で空試験を行う。試料溶液及び標準溶液の  
64 0.005mol/Lヨウ素液の消費量(mL)をそれぞれ $V_T$ 及び $V_S$ とす  
65 るとき、アンピシリンの量は1.0%以下である。

66 アンピシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ )の量(mg)

$$67 = M_S \times V_T / V_S \times 1/20$$

68  $M_S$  : アンピシリン標準品の秤取量(mg)

69 水分(2.48) 1.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

70 強熱残分(2.44) 1.5%以下(1g)。

71 定量法 本品及びバカンピシリン塩酸塩標準品約40mg(力価)  
72 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  
73 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
74 標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
75 グラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のバカ  
76 ンピシリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

77 アンピシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$78 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

79  $M_S$  : バカンピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

80 試験条件

81 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254nm)

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

85 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

86 移動相 : 薄めた2mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1  
87 →100)500mLに薄めた0.05mol/Lリン酸水素二ナトリ  
88 ウム試液(2→5)を加えてpH6.8に調整する。この液  
89 500mLにアセトニトリル500mLを加える。

90 流量 : バカンピシリンの保持時間が約6.5分になるよう  
91 に調整する。

92 システム適合性

93 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
94 操作するとき、バカンピシリンのピークの理論段数及  
95 びシンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、2以  
96 下である。

97 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件

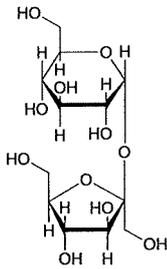
## 2 バカンピシリン塩酸塩

- 98           で試験を6回繰り返すとき、バカンピシリンのピーク  
99           面積の相対標準偏差は2.0%以下である。  
100 貯法 容器 気密容器。

1 白糖

1 白糖

2 White Soft Sugar



3

4  $C_{12}H_{22}O_{11}$  : 342.30

5  $\beta$ -D-Fructofuranosyl  $\alpha$ -D-glucopyranoside

6 [57-50-1]

7 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、味は甘い。

9 本品は水に極めて溶けやすく、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。

11 本品の水溶液(1→10)は中性である。

12 確認試験

13 (1) 本品1gを加熱するとき、融解してふくれ上がり、カラメルのおおいを発生して、かさ高い炭化物となる。

15 (2) 本品0.1gに希硫酸2mLを加えて煮沸し、水酸化ナトリウム試液4mL及びフェーリング試液3mLを加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る。

18 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +65.0～+67.0°(乾燥後, 13g, 水, 50mL, 100mm)。

20 純度試験

21 (1) 溶状 本品100gを水100mLに溶かし、この液50mLをネスラー管にとり、白色の背景を用い側方から観察するとき、液は無色又はわずかに黄色で、青色を呈しない。更にこの液をネスラー管に充滿し、密栓して2日間放置するとき、沈殿を生じない。

26 (2) 塩化物 (1.03) 本品10.0gを水に溶かし100mLとし、試料溶液とする。この液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0.30mLを加える(0.005%以下)。

30 (3) 硫酸塩 (1.14) (2)の試料溶液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0.50mLを加える(0.006%以下)。

33 (4) カルシウム (2)の試料溶液10mLにシュウ酸アンモニウム試液1mLを加えるとき、液は直ちに変化しない。

35 (5) 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)。

38 (6) 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)。

40 (7) 転化糖 本品5.0gを水に溶かし100mLとし、必要ならばろ過して試料溶液とする。別にアルカリ性硫酸銅(II)試液100mLを300mLのビーカーに入れ、時計皿でふたをして煮沸し、直ちに試料溶液50.0mLを加え、正確に5分間煮沸した後、直ちに新たに煮沸して冷却した水50mLを加え、

45 10℃以下の水浴中に5分間浸し、沈殿を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ取し、ろ液が中性になるまで水で洗い、更にエタノール(95)10mL及びジエチルエーテル10mLで洗い、105℃で30分間乾燥するとき、その量は0.120g以下である。

50 乾燥減量 (2.41) 1.30%以下(15g, 105℃, 2時間)。

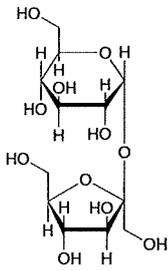
51 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(2g)。

52 貯法 容器 密閉容器。

1 精製白糖

1 精製白糖

2 Sucrose



3

4  $C_{12}H_{22}O_{11}$  : 342.30

5  $\beta$ -D-Fructofuranosyl  $\alpha$ -D-glucopyranoside

6 [57-50-1]

7 本品は添加剤を含まない。

8 大容量輸液の調製に用いるものについてはその旨表示する。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末、又は光沢のある無色あるいは白色の結晶である。

11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくい。

13 確認試験

14 (1) 本品及び白糖10mgずつに薄めたメタノール(3→5)をそれぞれ加えて20mLとし、試料溶液及び標準溶液(a)とする。別にブドウ糖、乳糖一水和物、果糖及び白糖10mgずつに薄めたメタノール(3→5)を加えて20mLとし、標準溶液(b)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(a)及び(b)2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、完全に乾燥させる。次に1,2-ジクロロエタン/酢酸(100)/メタノール/水混液(10 : 5 : 3 : 2)を展開溶媒として約15cm展開し、薄層板を温風乾燥し、直ちに新しい展開溶媒で展開を繰り返した後、薄層板を温風乾燥する。これにチモール0.5gをエタノール(95)/硫酸混液(19 : 1)100mLに溶かした液を均等に噴霧した後、130°Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポットは標準溶液(a)から得た主スポットと同様の位置、色及び大きさである。また標準溶液(b)から得た4つのスポットはそれぞれ明確に識別できる。

31 (2) 本品50.0gを新たに煮沸し冷却した水に溶かし100mLとし、試料溶液とする。この液1mLに水を加えて100mLとする。更にこの液5mLをとり、新たに調製した硫酸銅(II)試液0.15mL及び新たに調製した2mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを加えるとき、液は青色澄明で、煮沸後も変わらない。この溶液に希塩酸4mLを加えて煮沸し、2mol/L水酸化ナトリウム試液4mLを加えるとき、直ちにだいたい色の沈殿を生じる。

39 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +66.3~+67.0°(26g, 水, 100mL, 100mm).

41 純度試験

42 (1) 溶状 確認試験(2)の試料溶液は澄明である。またこの液の色は、塩化鉄(III)の色と比較原液2.4mL及び塩化コバルト(II)の色と比較原液0.6mLを正確に量り、更に塩酸溶液

45 (7→250)7.0mLを加えた溶液5.0mLに塩酸溶液(7→250)95.0mLを加えた液の色より濃くない。

47 (2) 酸又はアルカリ 確認試験(2)の試料溶液10mLに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、この液に0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.3mLを加えるとき、液は紅色を呈す。

51 (3) 亜硫酸塩 本品5.0gを水40mLに溶かし、希水酸化ナトリウム試液2.0mL及び水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に二亜硫酸ナトリウム76mgを量り、水に溶かして正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更に、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。直ちに試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り、それぞれに3mol/L塩酸試液1.0mL、脱色フクシン試液2.0mL及びホルムアルデヒド液試液2.0mLを加え、30分間放置する。これらの液につき、水10.0mL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583nm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(SO<sub>2</sub>として15ppm以下)。ただし、標準溶液が明らかに赤紫色~青紫色を呈さないとき、この試験は無効とする。

66 (4) 鉛 本品50mgを正確に量り、ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ、硝酸0.5mLを加えて溶かした後、密封し、150°Cで5時間加熱する。冷後、水を加えて正確に5mLとし、試料溶液とする。試料溶液3個以上をとり、原子吸光度法(電気加熱方式)(2.23)の標準添加法により次の条件で試験を行う。ただし、標準溶液は鉛標準液適量を正確に量り、水を加えて調製する。また硝酸10.0mLをとり、水を加えて正確に100mLとした溶液を用いて空試験を行い、補正する(0.5ppm以下)。

75 ランプ : 鉛中空陰極ランプ

76 波長 : 283.3nm

77 乾燥温度 : 110°C

78 灰化温度 : 600°C

79 原子化温度 : 2100°C

80 (5) 転化糖 確認試験(2)の試料溶液5mLを長さ約150mm、直径約16mmの試験管にとり、これに水5mL、1mol/L水酸化ナトリウム液1.0mL及びメチレンブルー試液1.0mLを加えて振り混ぜ、水浴中で正確に2分間加熱した後、水浴中から取り出し、直ちに観察するとき、液の青色は完全には消えない(0.04%)。ただし、空気との接触面の青色は無視する。

86 電気伝導率

87 (i) 塩化カリウム標準液 塩化カリウムを粉末とし、500~600°Cで4時間乾燥し、新たに蒸留して製した(二酸化炭素を含まない)電気伝導率2 $\mu$ S $\cdot$ cm<sup>-1</sup>以下の水に溶かして1000.0g中に塩化カリウムをそれぞれ0.7455g、0.0746g及び0.0149gを含む3種類の塩化カリウム標準液を調製する。これらの液の20°Cにおける電気伝導率は次表のとおりである。

標準液の種類 (g/1000.0g)	電気伝導率 ( $\mu$ S $\cdot$ cm <sup>-1</sup> )	抵抗率 ( $\Omega\cdot$ cm)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

93 (ii) 装置 電気伝導率計を用いる。電気伝導率の測定は、

## 2 精製白糖

94 溶液に浸された測定器具(セル)の電極間の柱液体の電気抵抗  
95 を測定することによってなされる。この装置には電極の分極  
96 による影響を除去するための交流が供給される。また、通例、  
97 温度補償回路が組み入れられている。セルには、白金黒でコー  
98 ティングされた二つの平行に置かれた白金電極が備わり、  
99 一般に両極は、溶液と電極間で電解質が容易に交換できるガ  
100 ラス管で保護されている。セル定数が $0.01\sim 1\text{cm}^{-1}$ のセルを  
101 用いる。

102 (iii) 操作法 塩化カリウム標準液は測定に適したものを調  
103 製して使用する。セルをよく水で洗い、次に塩化カリウム標  
104 準液で2~3回洗った後、塩化カリウム標準液をセルに満た  
105 す。塩化カリウム標準液を $20\pm 0.1^\circ\text{C}$ に保ち、電気伝導度を  
106 測定する。これを繰り返し、測定値が $\pm 3\%$ 以内で一致した  
107 ときの電気伝導度 $G_{\text{KCl}}(\mu\text{S})$ を求める。測定した値から次式に  
108 よりセル定数 $J$ を求める。

$$109 \quad J = \frac{\chi_{\text{KCl}}}{G_{\text{KCl}}}$$

110  $J$ : セル定数( $\text{cm}^{-1}$ )

111  $\chi_{\text{KCl}}$ : 塩化カリウム標準液の電気伝導率( $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ )( $20^\circ\text{C}$ )

112  $G_{\text{KCl}}$ : 測定した電気伝導度( $\mu\text{S}$ )

113 本品31.3gを新たに蒸留して製した(二酸化炭素を含まな  
114 い)水に溶かして正確に100mLとし、試料溶液とする。セル  
115 をよく水で洗い、次に試料溶液で2~3回洗った後、試料溶  
116 液をセルに満たす。マグネチックスターラーでゆるやかにか  
117 き混ぜながら、試料溶液を $20\pm 0.1^\circ\text{C}$ に保ち、電気伝導度  
118  $G_{\text{T}}(\mu\text{S})$ を測定する。同様に試料溶液の調製に用いた水の電  
119 気伝導度 $G_0(\mu\text{S})$ を測定し、次式によりそれぞれの電気伝導  
120 率 $\chi_{\text{T}}(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1})$ 及び $\chi_0(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1})$ を求める。

$$121 \quad \chi_{\text{T}}(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}) = JG_{\text{T}}$$

$$122 \quad \chi_0(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}) = JG_0$$

123 次式により試料溶液の補正された電気伝導率 $\chi_{\text{C}}$ を求める  
124 とき、 $\chi_{\text{C}}$ は $35\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下である。

$$125 \quad \chi_{\text{C}}(\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}) = \chi_{\text{T}} - 0.35\chi_0$$

126 乾燥減量 (2.41) 0.1%以下(2g,  $105^\circ\text{C}$ , 3時間)。

127 デキストリン 大容量輸液の調製に用いるものは、確認試験  
128 (2)の試料溶液2mLに水8mL, 希塩酸0.05mL及びヨウ素試液  
129 0.05mLを加えるとき、液の黄色は消えない。

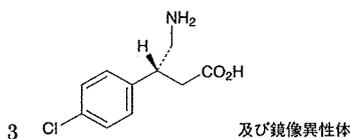
130 エンドトキシン (4.01) 0.25EU/mg未満。ただし、大容量輸  
131 液の調製に用いるもの。

132 貯法 容器 密閉容器。

1 バクロフェン

1 バクロフェン

2 Baclofen



4  $C_{10}H_{12}ClNO_2$  : 213.66

5 (3*RS*)-4-Amino-3-(4-chlorophenyl)butanoic acid

6 [1134-47-0]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、バクロフェン( $C_{10}H_{12}ClNO_2$ )98.5%以上を含む。

8 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

9 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水に溶けにくく、メタノール又はエタノール(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。

10 本品は希塩酸に溶ける。

11 確認試験

12 (1) 本品の水溶液(1→1000)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。

13 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(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バクロフェ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。

14 (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。

15 純度試験

16 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gを酢酸(100)50mLに溶かし、水を加えて100mLとする。この液10mL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0.01mol/L塩酸0.30mLに酢酸(100)5mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.21%以下)。

17 (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)。

18 (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)。

19 (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1.0mL及び1.5mLを正確に量り、それぞれ移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)及び(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)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高さを測定するとき、試料溶液のバクロフェン以外のピークの各々のピーク高さは、標準溶液(1)のバクロフェンのピーク高さより大きくない。また、それらのピーク高さの合計は、標準溶液(2)のバクロフェンのピーク高さより大きくない。

20 試験条件

21 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

22 カラム：内径4mm、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。

23 カラム温度：25℃付近の一定温度

24 移動相：メタノール/薄めた酢酸(100)(1→900)混液(3：2)

25 流量：バクロフェンの保持時間が約4分になるように調整する。

26 面積測定範囲：溶媒のピークの後からバクロフェンの保持時間の約3倍の範囲

27 システム適合性

28 検出の確認：標準溶液(1)25μLから得たバクロフェンのピーク高さが5～10mmになるように調整する。

29 システムの性能：本品0.40g及びパラオキシ安息香酸メチル5mgを移動相200mLに溶かし、この液10mLに移動相を加えて100mLとする。この液25μLにつき、上記の条件で操作するとき、バクロフェン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は5以上である。

30 システムの再現性：標準溶液(1)25μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、バクロフェンのピーク高さの相対標準偏差は3.0%以下である。

31 水分(2.48) 1.0%以下(1g、容量滴定法、直接滴定)。

32 強熱残分(2.44) 0.3%以下(1g)。

33 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)80mL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。

34 0.1mol/L過塩素酸1mL=21.37mg  $C_{10}H_{12}ClNO_2$

35 貯法 容器 密閉容器。

## 1 バクロフェン錠

## 2 Baclofen Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 バクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>: 213.66)を含む。

5 製法 本品は「バクロフェン」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「バクロフェン」  
9 0.01gに対応する量を取り、水10mLを加えてよく振り混ぜ  
10 た後、ろ過する。ろ液5mLにニンヒドリン試液1mLを加え、  
11 以下「バクロフェン」の確認試験(1)を準用する。

12 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「バクロフェン」  
13 25mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液50mLを加  
14 えて15分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視  
15 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、  
16 波長257～261nm, 264～268nm及び272～276nmに吸収の  
17 極大を示す。

18 (3) 本品を粉末とし、表示量に従い「バクロフェン」  
19 0.01gに対応する量を取り、メタノール/酢酸(100)混液(4:  
20 1)2mLを加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を  
21 試料溶液とする。別にバクロフェン標準品0.01gをメタノ  
22 ル/酢酸(100)混液(4:1)2mLに溶かし、標準溶液とする。  
23 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
24 試験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロ  
25 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  
26 層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混  
27 液(4:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
28 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
29 料溶液及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

30 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  
31 き、適合する。

32 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液5mLを加え、超音波に  
33 より粒子を小さく分散させ、更に、10分間振り混ぜた後、  
34 1mL中にバクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)約0.5mgを含む液とな  
35 るように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし、遠心  
36 分離する。上澄液5mLを正確に量り、フェノールフタレイ  
37 ン試液2滴を加え、希水酸化ナトリウム試液で中和した後、  
38 水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にバク  
39 フェン標準品(別途「バクロフェン」と同様の方法で水分  
40 (2.48)を測定しておく)約25mgを精密に量り、0.1mol/L塩  
41 酸試液に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に  
42 量り、フェノールフタレイ試液2滴を加え、希水酸化ナト  
43 リウム試液で中和した後、水を加えて正確に50mLとし、標  
44 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に量  
45 り、それぞれにニンヒドリン・塩化スズ(II)試液4mLを加  
46 えて振り混ぜた後、水浴上で20分間加熱し、直ちに2分間激  
47 く振り混ぜる。冷後、それぞれに水/1-プロパノール混液  
48 (1:1)を加えて正確に25mLとする。これらの液につき、水  
49 2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視  
50 吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長570nmにおけ  
51 る吸光度A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を測定する。

52 バクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$53 = M_S \times A_r / A_s \times V / 50$$

54 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したバクロフェン標準品の秤取量(mg)

55 溶出性(6.10) 試験液に水500mLを用い、パドル法により毎  
56 分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は70%  
57 以上である。

58 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
59 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
60 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
61 確に量り、表示量に従い1mL中にバクロフェン  
62 (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)約10μgを含む液となるように水を加えて正確  
63 にV' mLとし、試料溶液とする。別にバクロフェン標準品  
64 (別途「バクロフェン」と同様の方法で水分(2.48)を測定し  
65 ておく)約10mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mL  
66 とする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に  
67 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
68 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
69 220nmにおける吸光度A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を測定する。

70 バクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$71 = M_S \times A_r / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 50$$

72 M<sub>S</sub>: バクロフェン標準品の秤取量(mg)

73 C: 錠中のバクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

74 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
75 とする。バクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)約50mgに対応する量  
76 を精密に量り、0.1mol/L塩酸試液130mLを加えて10分間振  
77 り混ぜた後、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし、  
78 遠心分離する。上澄液10mLを正確に量り、フェノールフタ  
79 レイン試液2滴を加え、希水酸化ナトリウム試液で中和した  
80 後、水を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にバ  
81 クロフェン標準品(別途「バクロフェン」と同様の方法で水  
82 分(2.48)を測定しておく)約0.25gを精密に量り、0.1mol/L  
83 塩酸試液に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正  
84 確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。  
85 この液10mLを正確に量り、フェノールフタレイ試液2滴  
86 を加え、希水酸化ナトリウム試液で中和した後、水を加えて  
87 正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
88 2mLずつを正確に量り、それぞれにニンヒドリン・塩化ス  
89 ズ(II)試液4mLを加えて振り混ぜた後、水浴上で20分間加熱  
90 し、直ちに2分間激しく振り混ぜる。冷後、それぞれに水/  
91 1-プロパノール混液(1:1)を加えて正確に25mLとする。  
92 これらの液につき、水2mLを用いて同様に操作して得た液  
93 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
94 い、波長570nmにおける吸光度A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を測定する。

95 バクロフェン(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>ClNO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$96 = M_S \times A_r / A_s \times 1 / 5$$

97 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したバクロフェン標準品の秤取量(mg)

98 貯法 容器 密閉容器。

## 1 バシトラシン

## 2 Bacitracin

## 3 [1405-87-4]

4 本品は、*Bacillus subtilis*又は*Bacillus licheniformis*の培  
5 養によって得られる抗細菌活性を有するバシトラシンAを主  
6 成分とするペプチド系化合物の混合物である。

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり60単位  
8 以上を含む。ただし、本品の力価は、バシトラシンA  
9 ( $C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$  : 1422.69)としての量を単位で示し、その1  
10 単位はバシトラシンA( $C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$ )23.8 $\mu$ gに対応する。

11 性状 本品は白色～淡褐色の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

## 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→100)3mLに4-ジメチルアミノベン  
15 ズアルデヒド試液3mLを加え、液が赤桃色～赤紫色になる  
16 まで振り混ぜた後、亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)数滴を加  
17 え、振り混ぜるとき、液は、緑色～暗緑色を呈する。

18 (2) 本品及びバシトラシン標準品60mgずつを水10mLに  
19 溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、  
20 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
21 液及び標準溶液1 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
22 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  
23 ノール/酢酸(100)/水/ピリジン/エタノール(99.5)混液  
24 (30 : 15 : 10 : 6 : 5)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
25 風乾する。これに、ニンヒドリン試液を均等に噴霧し、  
26 110°Cで5分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得  
27 たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

## 28 純度試験

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

32 (2) 類縁物質 本品0.15gを0.05mol/L硫酸試液に溶かし、  
33 100mLとする。この液2mLに0.05mol/L硫酸試液を加えて  
34 10mLとし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸  
35 光度測定法 (2.24) により、波長252nm及び290nmにおける  
36 吸光度A<sub>1</sub>及びA<sub>2</sub>を測定するとき、A<sub>2</sub>/A<sub>1</sub>は0.20以下である。

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

38 強熱残分 (2.44) 1.0%以下(1g)。

39 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
40 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

41 (i) 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 10240を用いる。

42 (ii) 培地 培地(1)の3)のiiiを用いる。

43 (iii) 標準溶液 バシトラシン標準品約400単位に対応する  
44 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  
45 20mLとし、標準原液とする。標準原液は10°C以下に保存し、  
46 2日以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、  
47 pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2単位及び0.5単位  
48 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  
49 る。

50 (iv) 試料溶液 本品約400単位に対応する量を精密に量り、  
51 pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとする。こ

52 の液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて  
53 1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し、高濃度試料  
54 溶液及び低濃度試料溶液とする。

## 55 貯法

56 保存条件 冷所に保存する。

57 容器 気密容器。

1 乾燥破傷風ウマ抗毒素

1 乾燥破傷風ウマ抗毒素

2 Freeze-dried Tetanus Antitoxin, Equine

3 乾燥破傷風抗毒素

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品はウマ免疫グロブリン中の破傷風抗毒素を含む。

6 本品は生物学的製剤基準の乾燥破傷風ウマ抗毒素の条に適合する。

8 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。

1 沈降破傷風トキソイド

1 沈降破傷風トキソイド

2 Adsorbed Tetanus Toxoid

3 本品は破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性を  
4 なるべく損なわないように無毒化して得られた破傷風トキシ  
5 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  
6 とした液状の注射剤である。

7 本品は生物学的製剤基準の沈降破傷風トキソイドの条に適  
8 合する。

9 性状 本品は振り混ぜるとき、均等に白濁する。

## 1 バソプレシン注射液

## 2 Vasopressin Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は健康なウシ又はブタなどの脳下垂体後葉から大部分  
5 の子宮収縮成分のオキシトシンを除いて得た血圧上昇成分の  
6 バソプレシン又は合成によって得たバソプレシンを含む。

7 本品は定量するとき、表示されたバソプレシン単位の85  
8 ～120%を含む。

9 製法 本品は脳下垂体後葉から得たバソプレシン部分又は合成  
10 によって得たバソプレシンをとり、注射剤の製法により製す  
11 る。

12 性状 本品は無色澄明の液で、においはないか、又はわずかに  
13 特異なおいがある。

14 pH: 3.0~4.0

15 純度試験 子宮収縮成分 本品は次の方法により試験を行うと  
16 き、子宮収縮成分の量は、定量された10バソプレシン単位  
17 につき、0.6オキシトシン単位以下である。

18 (i) 標準原液 オキシトシン標準品の表示単位に従い、そ  
19 の200単位につき、薄めた酢酸(100)(1→400)10mLを正確に  
20 加えて溶かす。この液1mLを正確に量り、薄めた酢酸  
21 (100)(1→400)を加えて正確に10mLとする。この液は凍結を  
22 避け、冷所に保存し、調製後6箇月以内に使用する。

23 (ii) 標準溶液 標準原液に生理食塩液を加えて、その1mL  
24 中に0.020オキシトシン単位を含むように薄める。

25 (iii) 試料溶液 本品の定量されたバソプレシン単位の6/  
26 100の単位を求め、オキシトシン単位と仮定する。本品に生  
27 理食塩液を加えて、その1mL中に仮定した0.020オキシトシ  
28 ン単位を含むように薄める。

29 (iv) 装置 摘出子宮収縮実験用装置を用いるが、精密な温  
30 度調節器を用い、浴温を37~38℃の間の一定温度に保ち、  
31 試験中はこの温度が0.1℃以上の差がないようにする。また、  
32 100mLのマグナス容器を用いて子宮を懸垂する。

33 (v) 試験動物 体重175~350gの発情期でない健康な処女  
34 モルモットを用いる。ただし、幼時から雄を見ないように分  
35 けて飼育し、更に雄の体臭をも感じさせないようにする。

36 (vi) 操作法 マグナス容器は一定温度に保った恒温槽に浸  
37 し、ロック・リング試液を入れ、酸素を適当に通じておく。  
38 モルモットの頭を打って殺し、直ちに子宮を摘出し、マグナ  
39 ス容器に懸垂し、子宮角の一端を糸でヘーベルに連結する。  
40 必要ならば、ヘーベルに加重し、この質量は試験中変えない。  
41 15~30分後、子宮が十分に伸びきったとき、試験を始める。  
42 標準溶液及び試料溶液のそれぞれ0.1~0.5mLの等容量を交  
43 互に10~20分間の一定時間をおいて2回マグナス容器に加え、  
44 最後に別に標準溶液の25%増量した容量を加え、子宮を収  
45 縮させ、その収縮の高さを測定する。

46 標準溶液による子宮収縮の高さの平均は、試料溶液による  
47 子宮収縮の高さの平均に等しいか、又はそれより大きい。ま  
48 た、最後の増量した標準溶液による子宮収縮の高さは、前の  
49 標準溶液による子宮収縮の高さより明らかに大きい。

50 エンドトキシン (4.01) 15EU/バソプレシン単位未満。

51 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

52 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

53 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

54 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、  
55 適合する。

## 56 定量法

57 (i) 試験動物 体重200~300gの健康な雄のシロネズミを  
58 用いる。

59 (ii) 標準原液 バソプレシン標準品の表示単位に従い、そ  
60 の2000単位につき、薄めた酢酸(100)(1→400)100mLを正確  
61 に加えて溶かす。この液1mLを正確に量り、薄めた酢酸  
62 (100)(1→400)を加えて正確に10mLとする。この液は凍結を  
63 避け、冷所に保存し、調製後6箇月以内に使用する。

64 (iii) 標準溶液 標準原液に生理食塩液を加えて薄める。そ  
65 の薄め方は(vi)の操作法に従って、薄めた液0.2mLを試験動  
66 物に注射するとき、試験動物の血圧を35~60mmHg上昇す  
67 るように調節し、これを高用量標準溶液 $S_H$ とする。更にこ  
68 の液に生理食塩液を加えて1.5~2.0倍容量に薄め、低用量標  
69 準溶液 $S_L$ とする。

70 (iv) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を正確に  
71 量り、高用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むよう  
72 に生理食塩液を加えて薄め、これを高用量試料溶液 $T_H$ とす  
73 る。更にこの液に生理食塩液を加えて1.5~2.0倍容量に薄め、  
74 低用量試料溶液 $T_L$ とする。ただし、 $S_H$ と $S_L$ との濃度比は $T_H$   
75 と $T_L$ との濃度比に等しくする。反応が変化したときは、次  
76 の1組の試験の初めに $S_H$ と $T_H$ の濃度を調節する。この場合  
77  $S_H$ と $S_L$ 及び $T_H$ と $T_L$ との濃度比は初めの比と等しくする。

78 (v) 注射量 通例、0.2mLで、予試験又は経験に基づいて  
79 定めるが、その注射量は1組の試験を通じて等容量とする。

80 (vi) 操作法 試験動物に、その体重100gにつき、カルバミ  
81 ン酸エチル溶液(1→4)0.7mLを皮下注射して麻酔し、気管に  
82 カニューレを挿入し、人工呼吸(呼吸数:毎分約60)を行い、  
83 第二頸椎骨の一部を除き、脊髄を切断し、大後頭孔を経て脳  
84 髄を破壊する。股静脈にあらかじめ生理食塩液を満たしたカ  
85 ニューレを挿入する。体重100gにつき、ヘパリンナトリウ  
86 ム200ヘパリン単位に生理食塩液0.1mLを加えて溶かした液  
87 をこのカニューレを経て注射し、直ちに生理食塩液0.3mLで  
88 流し込む。次に頸動脈にカニューレを挿入し、ビニール管を  
89 用いて血圧マンメーターに連結する。あらかじめ、動脈カニ  
90 ユーレ及びビニール管には生理食塩液を満たしておく。注射  
91 後、上昇した血圧が注射前の基線に戻るように10~15分間  
92 の一定時間をおいて、標準溶液及び試料溶液をカニューレを  
93 経て静脈に注射し、キモグラムの血圧の上昇値を1mmHgま  
94 で測定する。ただし、試験温度は20~25℃とする。また、  
95 注射順位は $S_H$ 、 $S_L$ 、 $T_H$ 及び $T_L$ を用いて次に示す4対を作り、  
96 各対中においては示された順序とし、各対の順位は無作為と  
97 する。

98 第1対 $S_H$ 、 $T_L$

99 第2対 $S_L$ 、 $T_H$

100 第3対 $T_H$ 、 $S_L$

101 第4対 $T_L$ 、 $S_H$

102 この試験は同じ試験動物を用いて4対をもって1組の試験  
103 とし、通例、2組で行う。ただし、各組については異なった  
104 試験動物を使用してもよい。

105 (vii) 計算法 各組の第1対、第2対、第3対及び第4対にお  
106 ける高用量及び低用量の起こした血圧上昇の差をそれぞれ $y_1$ 、

2 バソプレシン注射液

107  $y_2, y_3$ 及び $y_4$ とする. 更に各組における $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ を  
108 それぞれ合計して $Y_1, Y_2, Y_3$ 及び $Y_4$ とする.

109 本品1mg中の単位数

110  $= \text{antilog } M \times (\text{高用量標準溶液1mL中の単位数}) \times b/a$

111  $M = (JY_a / Y_b)$

112  $I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$

113  $Y_a = -Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4$

114  $Y_b = Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4$

115  $a$ : 試料の採取量(mL)

116  $b$ : 試料の採取量からこれを生理食塩液で薄め, 高用量試  
117 料溶液を製したときの全容量(mL)

118 ただし, 次の式によって $L(P=0.95)$ を計算するとき,  $L$ は  
119 0.15以下である. もし, この値を超えるときは, この値以下  
120 になるまで試験の組数を増加し, 又は実験条件を整備して試  
121 験を繰り返す.

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

123  $C = \{Y_b^2 / (Y_b^2 - 4fS^2I^2)\}$

124  $f$ : 組の数

125  $S^2 = \{\sum y^2 - (Y/f) - (Y'/4) + (Y_b^2/4f)\} / n$

126  $\sum y^2$ : 各組の $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ をそれぞれ2乗し, 合  
127 計した値

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

129  $Y'$ : 1組における $y_1, y_2, y_3$ 及び $y_4$ の和を2乗し, 各組  
130 のこの数を合計した値

131  $n = 3(f-1)$

132  $I^2$ :  $S^2$ を計算したときの $n$ に対する次の表の値

$n$	$I^2 = F_1$	$n$	$I^2 = F_1$	$n$	$I^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	$\infty$	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

133 貯法

134 保存条件 凍結を避け, 冷所に保存する.

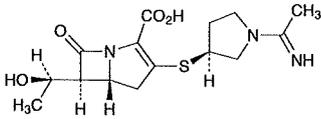
135 容器 密封容器.

136 有効期限 製造後36箇月.

1 パニペネム

1 パニペネム

2 Panipenem



4 C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S : 339.41

5 (5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-Hydroxyethyl]-3-[(3*S*)-1-(1-  
6 iminoethyl)pyrrolidin-3-ylsulfanyl]-7-oxo-1-  
7 azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid  
8 [87726-17-8]

9 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱溶媒物1mg当  
10 り900~1010μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、パ  
11 ペネム(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)としての量を質量(力価)で示す。

12 性状 本品は白色~淡黄色の粉末又は塊である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
14 エタノール(99.5)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとん  
15 ど溶けない。

16 本品は吸湿性である。

17 本品は湿気によって潮解する。

18 確認試験

19 (1) 本品0.02gを水2mLに溶かし、塩酸ヒドロキシアンモ  
20 ニウム・エタノール試液1mLを加え、3分間放置した後、酸  
21 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、  
22 液は赤褐色を呈する。

23 (2) 本品のpH7.0の0.02mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパ  
24 ンスルホン酸緩衝液溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光  
25 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波  
26 長296~300nmに吸収の極大を示す。

27 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
28 化カリウム錠剤法により測定するとき、波数1760cm<sup>-1</sup>、  
29 1676cm<sup>-1</sup>、1632cm<sup>-1</sup>、1588cm<sup>-1</sup>、1384cm<sup>-1</sup>及び1249cm<sup>-1</sup>付  
30 近に吸収を認める。

31 吸光度(2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (298nm) : 280~310(脱水及び脱溶媒物に  
32 換算したものの50mg, pH7.0の0.02mol/L 3-(*N*-モルホリ  
33 ノ)プロパンスルホン酸緩衝液, 2500mL)。

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +55~+65°(脱水及び脱溶媒物に換  
35 算したものの0.1g, pH7.0の0.1mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プ  
36 ロパンスルホン酸緩衝液, 10mL, 100mm)。

37 pH(2.54) 本品0.5gを水10mLに溶かした液のpHは4.5~  
38 6.5である。

39 純度試験

40 (1) 溶状 別に規定する。

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

44 (3) 残留溶媒(2.46) 本品約0.2gを精密に量り、20mLの  
45 細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ、内標準溶液2mL  
46 及び水2mLを正確に加えて溶かし、ゴム栓をアルミニウム  
47 キャップで巻き締めて密栓し、試料溶液とする。別にエタノ  
48 ール(99.5)15mL及びアセトン3mLを正確に量り、水を加え

49 て正確に200mLとする。この液1mL及び2mLを正確に量り、  
50 それぞれに水を加えて正確に20mLとする。それぞれの液  
51 2mLを正確に量り、20mLの細口円筒形のゴム栓付きガラス  
52 瓶に入れ、内標準溶液2mLを正確に加え、ゴム栓をアルミ  
53 ニウムキャップで巻き締めて密栓し、標準溶液(1)及び標準  
54 溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)を一  
55 定の室温に保った水浴中で穏やかに振り混ぜた後、30分間  
56 放置する。それぞれの容器内の気体1mLにつき、次の条件  
57 でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。試料  
58 溶液の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセ  
59 トンのピーク面積の比 $Q_{\text{Ta}}$ 及び $Q_{\text{Tb}}$ 、標準溶液(1)の内標準物  
60 質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面  
61 積の比 $Q_{\text{Sa1}}$ 及び $Q_{\text{Sb1}}$ 、並びに標準溶液(2)の内標準物質のピー  
62 ク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比  
63  $Q_{\text{Sa2}}$ 及び $Q_{\text{Sb2}}$ を求める。次式により、エタノール及びアセト  
64 ンの量を求めるとき、それぞれ5.0%以下及び1.0%以下であ  
65 る。

66 エタノールの量(%)

$$= 15 \times 0.79 \times (Q_{\text{Ta}} + Q_{\text{Sa2}} - 2Q_{\text{Sa1}}) / 2(Q_{\text{Sa2}} - Q_{\text{Sa1}}) \times 1/1000 \times 100/M$$

69  $M$ : 本品の秤取量(g)

70 アセトンの量(%)

$$= 3 \times 0.79 \times (Q_{\text{Tb}} + Q_{\text{Sb2}} - 2Q_{\text{Sb1}}) / 2(Q_{\text{Sb2}} - Q_{\text{Sb1}}) \times 1/1000 \times 100/M$$

73  $M$ : 本品の秤取量(g)

74 0.79: エタノール(99.5)及びアセトンの密度(g/mL)

75 内標準溶液 1-プロパノール溶液(1→400)

76 試験条件

77 検出器: 水素炎イオン化検出器

78 カラム: 内径1mm, 長さ40mのガラス管にガスクロマ  
79 トグラフィー用多孔性ポリマービーズを固定したもの。

80 カラム温度: 140°C付近の一定温度

81 キャリヤーガス: ヘリウム

82 流量: 1-プロパノールの保持時間が約6分になるよう  
83 に調整する。

84 システム適合性

85 システムの性能: 標準溶液(2)の気体1mLにつき、上記  
86 の条件で操作するとき、エタノール、アセトン、内標  
87 準物質の順に流出し、エタノールとアセトンの分離度  
88 は4以上である。

89 システムの再現性: 6個の標準溶液(2)の気体1mLずつに  
90 つき、上記の条件で試験を繰り返すとき、内標準物質  
91 のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の  
92 相対標準偏差は5.0%以下である。

93 (4) 類縁物質 別に規定する。

94 水分 本品約0.5gを精密に量り、15mLの細口円筒形のゴム栓  
95 付きガラス瓶に入れ、内標準溶液2mLを正確に加えて溶か  
96 し、ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し、試  
97 料溶液とする。別に水2gを精密に量り、内標準溶液を加え  
98 て正確に100mLとする。この液5mL及び10mLを正確に量  
99 り、それぞれに内標準溶液を加えて正確に20mLとし、標準

2 パニペネム

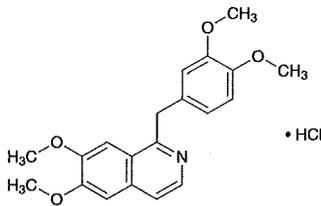
- 100 溶液(1)及び標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び  
 101 標準溶液(2)1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィ  
 102 ー(2.02)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
 103 する水のピーク面積の比 $Q_T$ 、 $Q_{S1}$ 及び $Q_{S2}$ を求める。次式に  
 104 より、水の量を求めるとき、5.0%以下である。
- 105 水分(%)  
 106  $= M_S / M_T \times (Q_T + Q_{S2} - 2Q_{S1}) / 2(Q_{S2} - Q_{S1})$   
 107  $\times 1 / 100 \times 100$
- 108  $M_S$ : 水の秤取量(g)  
 109  $M_T$ : 本品の秤取量(g)
- 110 内標準溶液 アセトニトリルのメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 100)  
 111 試験条件  
 112 検出器: 熱伝導型検出器  
 113 カラム: 内径3mm、長さ2mのガラス管に150 $\sim$ 180 $\mu$ m  
 114 のガスクロマトグラフィ用多孔性エチルビニルベン  
 115 ゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする。  
 116 カラム温度: 125 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
 117 キャリヤーガス: ヘリウム  
 118 流量: アセトニトリルの保持時間が約8分になるように  
 119 調整する。
- 120 システム適合性  
 121 システムの性能: 標準溶液(2)1 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
 122 で操作するとき、水、メタノール、内標準物質の順に  
 123 流出し、水と内標準物質の分離度は10以上である。  
 124 システムの再現性: 標準溶液(2)1 $\mu$ Lにつき、上記の条  
 125 件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面  
 126 積に対する水のピーク面積の比の相対標準偏差は  
 127 5.0%以下である。
- 128 強熱残分 別に規定する。
- 129 エンドトキシン (4.01) 0.15EU/mg(力価)未満。
- 130 定量法 本品及びパニペネム標準品約0.1g(力価)に対応する量  
 131 を精密に量り、それぞれをpH7.0の0.02mol/L 3-(*N*-モル  
 132 ホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし、正確に100mL  
 133 とする。これらの液5mLずつを正確に量り、それぞれに内  
 134 標準溶液5mLを正確に加えた後、pH7.0の0.02mol/L 3-(*N*-  
 135 モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて20mLと  
 136 し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
 137 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィ(2.01)に  
 138 より調製後30分以内に試験を行い、内標準物質のピーク面  
 139 積に対するパニペネムのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。
- 140 パニペネム(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の量[ $\mu$ g(力価)]  
 141  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$
- 142  $M_S$ : パニペネム標準品の秤取量[mg(力価)]
- 143 内標準溶液 *p*-スチレンスルホン酸ナトリウムのpH7.0  
 144 の0.02mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩  
 145 衝液溶液(1 $\rightarrow$ 1000)  
 146 試験条件  
 147 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280nm)  
 148 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
 149 の液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シ  
 150 リコンポリマー被覆シリカゲルを充てんする。
- 151 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
 152 移動相: pH8.0の0.02mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロバ  
 153 ンスルホン酸緩衝液/アセトニトリル混液(50:1)  
 154 流量: 内標準物質の保持時間が約12分になるように調  
 155 整する。  
 156 システム適合性  
 157 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
 158 操作するとき、パニペネム、内標準物質の順に溶出し、  
 159 その分離度は3以上である。  
 160 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
 161 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
 162 に対するパニペネムのピーク面積の比の相対標準偏差  
 163 は2.0%以下である。
- 164 貯法  
 165 保存条件 -10 $^{\circ}$ C以下で保存する。  
 166 容器 気密容器。

1 パパベリン塩酸塩

1 パパベリン塩酸塩

2 Papaverine Hydrochloride

3 塩酸/パパベリン



5  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$  : 375.85

6 6,7-Dimethoxy-1-(3,4-dimethoxybenzyl)isoquinoline

7 monohydrochloride

8 [61-25-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、パパベリン塩酸塩  
10 ( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水又は酢酸(100)にやや溶けにくく、エタノール  
13 (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  
14 ど溶けない。

15 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.0~4.0である。

16 確認試験

17 (1) 本品1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液1滴を加え  
18 るとき、液は無色~淡黄緑色を呈し、徐々に濃赤色を経て褐  
19 色に変わる。

20 (2) 本品0.02gを水1mLに溶かし、酢酸ナトリウム試液3  
21 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

22 (3) 本品1mgを無水酢酸3mL及び硫酸5滴に溶かし、水浴  
23 中で1分間加熱した後、紫外線(主波長365nm)を照射する  
24 とき、液は黄緑色の蛍光を発する。

25 (4) 本品0.1gを水10mLに溶かし、アンモニア試液を加え  
26 てアルカリ性とし、ジエチルエーテル10mLを加えて振り混  
27 ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、水5mLで洗った後、  
28 ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発し、残留物を105°Cで3時間  
29 乾燥するとき、その融点(2.60)は145~148°Cである。

30 (5) 本品の水溶液(1→50)にアンモニア試液を加えてアル  
31 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  
32 性とした液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

33 純度試験

34 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
35 澄明である。

36 (2) モルヒネ 本品10mgを水1mLに溶かし、1-ニトロ  
37 ソー2-ナフトール試液5mL及び硝酸カリウム溶液(1→  
38 10)2mLを加え、40°Cで2分間加温する。次に亜硝酸ナトリ  
39 ウム溶液(1→5000)1mLを加え、40°Cで5分間加温し、冷後、  
40 クロロホルム10mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、水  
41 層を分取するとき、液の色は微紅色より濃くない。

42 (3) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.12gをとり、試験を行う。  
43 液の色は色の比較液S又はPより濃くない。

44 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

45 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

46 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
47 酢酸(100)混液(7:3)100mLを加え、加温して溶かす。冷後、  
48 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
49 方法で空試験を行い、補正する。

50 0.1mol/L過塩素酸1mL=37.59mg  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

51 貯法

52 保存条件 遮光して保存する。

53 容器 気密容器。

1 パパベリン塩酸塩注射液

1 パパベリン塩酸塩注射液

2 Papaverine Hydrochloride Injection

3 塩酸パパベリン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

6 パパベリン塩酸塩( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ : 375.85)を含む。

7 製法 本品は「パパベリン塩酸塩」をとり、注射剤の製法によ  
8 り製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 pH: 3.0～5.0

11 確認試験

12 (1) 本品1mLに酢酸ナトリウム試液3滴を加えるとき、白  
13 色の沈殿を生じる。

14 (2) 本品の表示量に従い「パパベリン塩酸塩」0.1gに対応  
15 する容量をとり、水を加えて10mLとし、アンモニア試液を  
16 加えてアルカリ性とし、ジエチルエーテル10mLを加えて振  
17 り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、水5mLで洗った  
18 後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物を105℃  
19 で3時間乾燥するとき、その融点(2.60)は145～148℃であ  
20 る。

21 (3) (2)で得た残留物1mgずつをとり、以下「パパベリン  
22 塩酸塩」の確認試験(1)及び(3)を準用する。

23 (4) 本品2mLにアンモニア試液を加えてアルカリ性とし、  
24 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  
25 塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

26 エンドトキシン(4.01) 6.0EU/mg未満。

27 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

28 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

29 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

30 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、  
31 適合する。

32 定量法 本品のパパベリン塩酸塩( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )約0.2gに  
33 対応する容量を正確に量り、水を加えて10mLとした後、ア  
34 ンモニア試液を加えてアルカリ性とし、クロロホルム20mL、  
35 15mL、10mL及び10mLで抽出する。クロロホルム抽出液  
36 を合わせ、水10mLで洗い、洗液は更にクロロホルム5mLず  
37 つで2回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上  
38 でクロロホルムを留去する。残留物を酢酸(100)30mLに溶  
39 かし、0.05mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬:クリ  
40 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、  
41 補正する。

42 0.05mol/L過塩素酸1mL=18.79mg  $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

43 貯法

44 保存条件 遮光して保存する。

45 容器 密封容器。

1 乾燥はぶウマ抗毒素

1 乾燥はぶウマ抗毒素

2 Freeze-dried Habu Antivenom, Equine

3 乾燥はぶ抗毒素

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品はウマ免疫グロブリン中のはぶ抗毒素を含む。

6 本品は生物学的製剤基準の乾燥はぶウマ抗毒素の条に適合  
7 する。

8 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

9 ずかに白濁した液となる。

## 1 沈降はぶトキソイド

### 1 沈降はぶトキソイド

#### 2 Adsorbed Habu-venom Toxoid

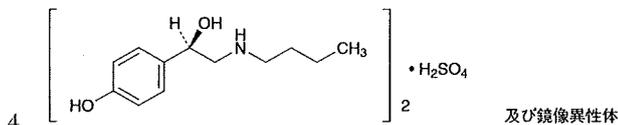
- 3 本品はハブ(*Trimeresurus flavoviridis*)の産する毒性物質
- 4 をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわない
- 5 ように無毒化して得られたはぶトキソイドを含む液にアルミ
- 6 ニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤で
- 7 ある。
- 8 本品は生物学的製剤基準の沈降はぶトキソイドの条に適合
- 9 する。
- 10 性状 本品は振り混ぜるとき、均等に白濁する。

1 バメタン硫酸塩

1 バメタン硫酸塩

2 Bamethan Sulfate

3 硫酸バメタン



5  $(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$  : 516.65

6 (1*S*)-2-Butylamino-1-

7 (4-hydroxyphenyl)ethanol hemisulfate

8 [5716-20-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、バメタン硫酸塩  
10  $[(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味は苦い。

13 本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや  
14 溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテ  
15 ルにほとんど溶けない。

16 融点：約169°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→1000)1mLに4-ニトロベンゼンジ  
19 アゾニウムフルオロボレート溶液(1→2000)5mL及びpH9.2  
20 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液10mLを  
21 加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

22 (2) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫  
23 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、  
24 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
25 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  
26 認める。

27 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
28 臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $1618\text{cm}^{-1}$ 、  
29  $1597\text{cm}^{-1}$ 、 $1518\text{cm}^{-1}$ 、 $1118\text{cm}^{-1}$ 及び $833\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を  
30 認める。

31 (4) 本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応(1.09)を  
32 呈する。

33 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～  
34 5.5である。

35 純度試験

36 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は澄明で、  
37 その色は次の比較液より濃くない。

38 比較液：色の比較液O 1.5mLに薄めた塩酸(1→40)を加え  
39 て200mLとする。

40 (2) 塩化物(1.03) 本品3.5gをとり、試験を行う。比較  
41 液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.002%以下)。

42 (3) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には、鉛標準液2.0mLを加える(10ppm  
44 以下)。

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

47 (5) 類縁物質 本品0.10gをメタノール2mLに溶かし、試  
48 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加

49 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
50 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により、試験を行う。  
51 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  
52 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、  
53 あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い、  
54 クロロホルム/メタノール混液(7:2)を展開溶媒として約  
55 12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラ  
56 ーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、15分間風乾した後、更  
57 に噴霧用ドラージェンドルフ試液を噴霧し、1分後亜硝酸ナト  
58 リウム溶液(1→20)を均等に噴霧し、直ちにガラスプレート  
59 を薄層板の上に置く。30分後この薄層板を観察するとき、試  
60 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  
61 得たスポットより濃くない。

62 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

63 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

64 定量法 本品を乾燥し、その約0.75gを精密に量り、酢酸  
65 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
66 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

67 0.1mol/L過塩素酸1mL= 51.67mg  $(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

68 貯法 容器 気密容器。

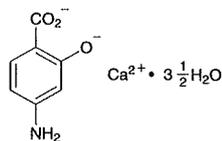
1 **パラアミノサリチル酸カルシウム水和物**

2 Calcium Paraaminosalicylate Hydrate

3 パスカリウム

4 パスカリウム水和物

5 パラアミノサリチル酸カルシウム



6

7  $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$  : 254.25

8 Monocalcium 4-amino-2-oxidobenzoate hemiheptahydrate

9 [133-15-3, 無水物]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、パラアミノ  
11 サリチル酸カルシウム( $C_7H_5CaNO_3$  : 191.20)97.0~103.0%  
12 を含む。

13 **性状** 本品は白色又はわずかに着色した粉末で、味はわずかに  
14 苦い。

15 本品は水に極めて溶けにくく、メタノール又はエタノール  
16 (99.5)にほとんど溶けない。

17 本品は光によって徐々に褐色になる。

18 **確認試験**

19 (1) 本品50mgに水100mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ  
20 過する。ろ液10mLに1mol/L塩酸試液1mLを加え、振り混ぜ  
21 た後、塩化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈す  
22 る。

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

27 (3) 本品3gに塩化アンモニウム試液15mL及び水15mLを  
28 加えて水浴上でほとんど溶けるまで加熱する。冷後、ろ過す  
29 るとき、ろ液はカルシウム塩の定性反応(1.09)の(1)、(2)及  
30 び(3)を呈する。

31 **純度試験**

32 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gを希硝酸15mL及び水に溶か  
33 し50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
34 0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.025%以下)。

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

38 (3) ヒ素(1.11) 本品0.40gに0.1mol/L塩酸試液20mLを  
39 加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、試験を行  
40 う(5ppm以下)。

41 (4) 3-アミノフェノール 本品0.10gに氷水中で冷却し  
42 た0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試  
43 液5mLを加え、激しく振り混ぜて溶かし、直ちに氷水中で  
44 冷却したpH11.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液  
45 3mLを加えて振り混ぜる。次に硫酸4-アミノ-N,N-ジエ  
46 チルアニリン試液2mLを加えて振り混ぜ、シクロヘキサン  
47 10.0mL及び薄めたヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液(1→

48 10)4mLを加え、直ちに20秒間振り混ぜる。この液を遠心分  
49 離してシクロヘキサン層を分取し、薄めたアンモニア試液(1  
50 →14)5mLずつで2回洗い、無水硫酸ナトリウム1gを加えて  
51 振り混ぜ、5分間放置するとき、澄明なシクロヘキサン層の  
52 色は次の比較液より濃くない。

53 比較液：3-アミノフェノール50mgを水に溶かし、正確  
54 に500mLとする。この液20mLを正確に量り、水を加え  
55 て正確に100mLとする。この液5.0mLをとり、氷水中  
56 で冷却したpH11.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩  
57 衝液3mLを加えて振り混ぜ、以下、同様に操作する。

58 水分(2.48) 23.3~26.3%(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

59 **定量法** 本品約0.2gを精密に量り、水60mL及び希塩酸  
60 0.75mLを加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、水を加え  
61 て正確に100mLとし、試料溶液とする。試料溶液30mLを正  
62 確に量り、ヨウ素瓶に入れ、正確に0.05mol/L臭素液25mL  
63 を加え、次に臭化カリウム溶液(1→4)20mLを加え、更に酢  
64 酸(100)/塩酸混液(5:2)14mLを速やかに加えて直ちに密栓  
65 し、時々振り混ぜ10分間放置する。次にヨウ化カリウム試  
66 液6mLを注意して加え、直ちに密栓して穏やかに振り混ぜ、  
67 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  
68 リウム液で滴定(2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。  
69 同様の方法で空試験を行う。

70  $0.05\text{mol/L臭素液}1\text{mL}=3.187\text{mg } C_7H_5CaNO_3$

71 **貯法**

72 保存条件 遮光して保存する。

73 容器 気密容器。

1 パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒

1 パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒

2 Calcium Paraaminosalicylate Granules

3 パスカルシウム顆粒

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 パラアミノサリチル酸カルシウム水和物( $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}$   
6  $H_2O$ : 254.25)を含む。

7 製法 本品は「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」をと  
8 り、顆粒剤の製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「パラアミノサリチ  
10 ル酸カルシウム水和物」50mgに対応する量を取り、水  
11 100mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLに  
12 1mol/L塩酸試液1mLを加え、振り混ぜた後、塩化鉄(III)試液  
13 1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

14 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
15 毎分75回転で試験を行うとき、本品の60分間の溶出率は  
16 75%以上である。

17 本品の表示量に従いパラアミノサリチル酸カルシウム水和  
18 物( $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$ )約0.25gに対応する量を精密に量り、  
19 試験を開始し、規定された時間に溶出液20mL以上を取り、  
20 孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めの  
21 ろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、水を加えて  
22 正確に100mLとし試料溶液とする。別に定量用パラアミノ  
23 サリチル酸カルシウム(別途「パラアミノサリチル酸カルシ  
24 ウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
25 28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
26 の液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標  
27 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  
28 度測定法(2.24)により試験を行い、波長300nmにおける吸  
29 光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

30 パラアミノサリチル酸カルシウム水和物( $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}$   
31  $H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$32 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 900 \times 1.330$$

33  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用パラアミノサリチル酸カル  
34 シウムの秤取量(mg)

35  $M_T$ : 本品の秤取量(g)

36  $C$ : 1g中のパラアミノサリチル酸カルシウム水和物  
37 ( $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$ )の表示量(mg)

38 定量法 本品を粉末とし、パラアミノサリチル酸カルシウム水  
39 和物( $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$ )約0.2gに対応する量を精密に量  
40 り、水60mL及び希塩酸0.75mLを加え、水浴上で加熱して  
41 溶かし、冷後、水を加えて正確に100mLとし、ろ過する。  
42 ろ液30mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、以下、「パラア  
43 ミノサリチル酸カルシウム水和物」の定量法を準用する。

44 0.05mol/L臭素液1mL=4.238mg  $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$

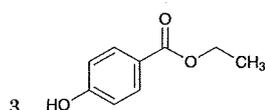
45 貯法

46 保存条件 遮光して保存する。

47 容器 気密容器。

1 パラオキシ安息香酸エチル

2 Ethyl Parahydroxybenzoate



4  $C_9H_{10}O_3$  : 166.17

5 Ethyl 4-hydroxybenzoate

6 [120-47-8]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、パラオキシ安息香酸エチル  
12 ( $C_9H_{10}O_3$ )98.0~102.0%を含む。

13 ◆性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

14 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水に極  
15 めて溶けにくい。◆

16 確認試験

17 (1) 本品の融点 (2.60) は115~118℃である。

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

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
24 液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

25 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液5.0mL、塩化鉄  
26 (III)の色と比較原液12.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
27 液2.0mLをとり、水を加えて1000mLとする。

28 (2) 酸 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし、新た  
29 に煮沸して冷却した水5mL及びプロモクレゾールグリーン・  
30 水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える。これに  
31 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき、液は青色  
32 を呈する。

33 ◆(3) 重金属 (1.07) 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし、  
34 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
35 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL、希  
36 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。◆

37 (4) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
38 料溶液とする。この液0.5mLを正確に量り、アセトンを加え  
39 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
40 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
41 液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタ  
42 デシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
43 層板にスポットする。次にメタノール/水/酢酸(100)混液  
44 (70 : 30 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
45 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
46 料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から  
47 得たスポットより濃くない。

48 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品約1gを精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム液  
50 20mLを正確に加え、約70℃で1時間加熱した後、速やかに  
51 氷冷する。この液につき、過量の水酸化ナトリウムを第二変  
52 曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同  
53 様の方法で空試験を行う。

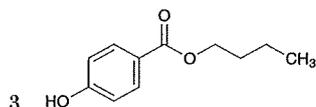
54 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=166.2mg  $C_9H_{10}O_3$

55 ◆貯法 容器 密閉容器。◆

1 パラオキシ安息香酸ブチル

1 パラオキシ安息香酸ブチル

2 Butyl Parahydroxybenzoate



4  $C_{11}H_{14}O_3$  : 194.23

5 Butyl 4-hydroxybenzoate

6 [94-26-8]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、パラオキシ安息香酸ブチル  
12 ( $C_{11}H_{14}O_3$ )98.0~102.0%を含む。

13 ◆性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

14 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水にほ  
15 とんど溶けない。◆

16 確認試験

17 (1) 本品の融点 (2.60) は68~71°Cである。

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

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
24 液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

25 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液5.0mL、塩化鉄  
26 (III)の色と比較原液12.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
27 液2.0mLをとり、水を加えて1000mLとする。

28 (2) 酸 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし、新た  
29 に煮沸して冷却した水5mL及びプロモクレゾールグリーン・  
30 水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える。これに  
31 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき、液は青色  
32 を呈する。

33 ◆(3) 重金属 (1.07) 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし、  
34 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
35 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL、希  
36 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。◆

37 (4) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
38 料溶液とする。この液0.5mLを正確に量り、アセトンを加え  
39 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
40 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
41 液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタ  
42 デシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
43 層板にスポットする。次にメタノール/水/酢酸(100)混液  
44 (70 : 30 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
45 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
46 料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から  
47 得たスポットより濃くない。

48 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品約1gを精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム液  
50 20mLを正確に加え、約70°Cで1時間加熱した後、速やかに  
51 氷冷する。この液につき、過量の水酸化ナトリウムを第二変  
52 曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同  
53 様の方法で空試験を行う。

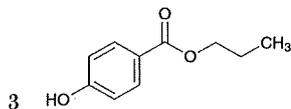
54 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=194.2mg  $C_{11}H_{14}O_3$

55 ◆貯法 容器 密閉容器。◆

1 パラオキシ安息香酸プロピル

1 パラオキシ安息香酸プロピル

2 Propyl Parahydroxybenzoate



4  $C_{10}H_{12}O_3$  : 180.20

5 Propyl 4-hydroxybenzoate

6 [94-13-3]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、パラオキシ安息香酸プロピル  
12 ( $C_{10}H_{12}O_3$ )98.0~102.0%を含む。

13 ◆性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

14 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水に極  
15 めて溶けにくい。◆

16 確認試験

17 (1) 本品の融点 (2.60) は96~99°Cである。

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

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
24 液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

25 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液5.0mL、塩化鉄  
26 (III)の色と比較原液12.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
27 液2.0mLをとり、水を加えて1000mLとする。

28 (2) 酸 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし、新た  
29 に煮沸して冷却した水5mL及びプロモクレゾールグリーン・  
30 水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える。これに  
31 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき、液は青色  
32 を呈する。

33 ◆(3) 重金属 (1.07) 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし、  
34 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
35 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL、希  
36 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。◆

37 (4) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
38 料溶液とする。この液0.5mLを正確に量り、アセトンを加え  
39 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
40 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
41 液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタ  
42 デシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
43 層板にスポットする。次にメタノール/水/酢酸(100)混液  
44 (70 : 30 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
45 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
46 料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から  
47 得たスポットより濃くない。

48 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品約1gを精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム液  
50 20mLを正確に加え、約70°Cで1時間加熱した後、速やかに  
51 氷冷する。この液につき、過量の水酸化ナトリウムを第二変  
52 曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同  
53 様の方法で空試験を行う。

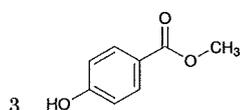
54 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=180.2mg  $C_{10}H_{12}O_3$

55 ◆貯法 容器 密閉容器。◆

1 パラオキシ安息香酸メチル

1 パラオキシ安息香酸メチル

2 Methyl Parahydroxybenzoate



4  $C_8H_8O_3$  : 152.15

5 Methyl 4-hydroxybenzoate

6 [98-76-3]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、パラオキシ安息香酸メチル  
12 ( $C_8H_8O_3$ )98.0~102.0%を含む。

13 ◆性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

14 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、水に溶  
15 けにくい。◆

16 確認試験

17 (1) 本品の融点(2.60)は125~128°Cである。

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

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
24 液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

25 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液5.0mL、塩化鉄  
26 (III)の色と比較原液12.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
27 液2.0mLをとり、水を加えて1000mLとする。

28 (2) 酸 本品0.20gをエタノール(95)5mLに溶かし、新た  
29 に煮沸して冷却した水5mL及びプロモクレゾールグリーン・  
30 水酸化ナトリウム・エタノール試液0.1mLを加える。これに  
31 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.1mLを加えるとき、液は青色  
32 を呈する。

33 ◆(3) 重金属(1.07) 本品1.0gをアセトン25mLに溶かし、  
34 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
35 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン25mL、希  
36 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。◆

37 (4) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
38 料溶液とする。この液0.5mLを正確に量り、アセトンを加え  
39 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
40 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
41 液及び標準溶液2μLずつを薄層クロマトグラフィー用オクタ  
42 デシルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄  
43 層板にスポットする。次にメタノール/水/酢酸(100)混液  
44 (70 : 30 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
45 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
46 料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から  
47 得たスポットより濃くない。

48 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品約1gを精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム液  
50 20mLを正確に加え、約70°Cで1時間加熱した後、速やかに  
51 氷冷する。この液につき、過量の水酸化ナトリウムを第二変  
52 曲点まで0.5mol/L硫酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同  
53 様の方法で空試験を行う。

54 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=152.1mg  $C_8H_8O_3$

55 ◆貯法 容器 密閉容器。◆

## 1 パラフィン

### 1 パラフィン

#### 2 Paraffin

3 本品は石油から得た固形の炭化水素類の混合物である。

4 性状 本品は無色又は白色のやや透明な結晶性の塊で、におい  
5 及び味はない。

6 本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水、エタノー  
7 ル(95)又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

8 比重  $d_{20}^{20}$ : 約0.92[油脂試験法 (1.13) の「4.比重」の4.2  
9 を準用する]。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品を磁製皿にとり、強く加熱して点火するとき、明  
12 るい炎をだして燃え、パラフィン蒸気のにおいを発する。

13 (2) 本品0.5gにイオウ0.5gを加え、注意して振り混ぜなが  
14 ら加熱するとき、硫化水素のにおいを発する。

15 融点 (2.60) 50~75°C(第2法)。

#### 16 純度試験

17 (1) 酸又はアルカリ 本品10.0gに熱湯10mL及びフェノ  
18 ールフタレイン試液1滴を加え、水浴中で5分間加熱した後、  
19 激しく振り混ぜるとき、赤色を呈しない。また、これに  
20 0.02mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えて振り混ぜる  
21 とき、赤色を呈する。

22 (2) 重金属 (1.07) 本品2.0gをろつばにとり、徐々に加  
23 熱して炭化した後、450~550°Cで灰化する。冷後、塩酸  
24 2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸2mL及  
25 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
26 比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mL  
27 とする(10ppm以下)。

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

30 (4) イオウ化合物 本品4.0gにエタノール(99.5)2mLを加  
31 え、これに水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(II)を飽和  
32 した澄明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜながら70°Cで10  
33 分間加熱するとき、水層は暗褐色を呈しない。

34 (5) 硫酸呈色物 本品5.0gをネスラー管にとり、融点付近  
35 で融解し、硫酸呈色物用硫酸5mLを加えて、70°Cの水浴中  
36 で5分間加温後取り出す。次に直ちに3秒間激しく上下に振  
37 り、70°Cの水浴中で、1分間加温する操作を5回繰り返すと  
38 き、硫酸層の色は次の比較液より濃くない。

39 比較液：塩化鉄(III)の色と比較原液3.0mLに塩化コバルト  
40 (II)の色と比較原液1.5mL、硫酸銅(II)の色と比較原液  
41 0.50mL及び流動パラフィン5mLを加え激しく振り混ぜ  
42 る。

43 貯法 容器 密閉容器。

## 1 流動パラフィン

### 1 流動パラフィン

#### 2 Liquid Paraffin

3 本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である。

4 本品には安定剤として適当な型のトコフェロール0.001%  
5 以下を加えることができる。

6 性状 本品は無色で、ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で、  
7 におい及び味はない。

8 本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(99.5)  
9 に極めて溶けにくく、水又はエタノール(95)にほとんど溶け  
10 ない。

11 沸点：300℃以上。

#### 12 確認試験

13 (1) 本品を磁製皿にとり、強く加熱して点火するとき、明  
14 るい炎をだして燃え、パラフィン蒸気のおおいを発する。

15 (2) 本品0.5gにイオウ0.5gを加え、注意して振り混ぜなが  
16 ら加熱するとき、硫化水素のおおいを発する。

17 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$ : 0.860~0.890

18 粘度 (2.53) 37mm<sup>2</sup>/s以上(第1法, 37.8℃).

#### 19 純度試験

20 (1) におい 本品を小ビーカーにとり、水浴上で加熱する  
21 とき、異臭を発しない。

22 (2) 酸又はアルカリ 本品10mLに熱湯10mL及びフェノ  
23 ールフタレイン試液1滴を加えて激しく振り混ぜるとき、赤  
24 色を呈しない。また、これに、0.02mol/L水酸化ナトリウム  
25 液0.20mLを加えて振り混ぜるとき、赤色を呈する。

26 (3) 重金属 (1.07) 本品2.0gをるつぼにとり、徐々に加  
27 熱して炭化した後、450~550℃で灰化する。冷後、塩酸  
28 2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸2mL及  
29 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
30 比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mL  
31 とする(10ppm以下)。

32 (4) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとる、第3法により検液を調  
33 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
34 タノール(95)溶液(1→5)10mLを加えた後、過酸化水素  
35 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(2ppm以下)。

36 (5) 固形パラフィン 本品を105℃で2時間乾燥し、その  
37 50mLをネスラー管にとり、氷水中で4時間冷却するとき、  
38 混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない。

39 比較液：0.01mol/L塩酸1.5mLに希硝酸6mL及び水を加え  
40 て50mLとし、硝酸銀試液1mLを加え、5分間放置する。

41 (6) イオウ化合物 本品4.0mLにエタノール(99.5)2mLを  
42 加え、水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(II)を飽和した  
43 澄明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜながら、70℃で10分  
44 間加熱した後、放冷するとき、液は暗褐色を呈しない。

45 (7) 多環芳香族炭化水素 本品25mLを25mLのメスシリ  
46 ンダーにとり、100mLの分液漏斗に移し、メスシリンダー  
47 を吸収スペクトル用ヘキサン25mLで洗い、洗液を分液漏斗  
48 に合わせ、よく振り混ぜる。これに吸収スペクトル用ジメチ  
49 ルスルホキシド5.0mLを加え、2分間激しく振り混ぜた後、  
50 15分間放置する。下層を50mLの分液漏斗に移し、吸収スペ  
51 クトル用ヘキサン2mLを加え、2分間激しく振り混ぜた後、  
52 2分間静置する。下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し、毎

53 分2500~3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を  
54 試料溶液とする。別に吸収スペクトル用ヘキサン25mLを  
55 50mLの分液漏斗にとり、吸収スペクトル用ジメチルスルホ  
56 キシド5.0mLを加え、2分間激しく振り混ぜた後、2分間静  
57 置する。下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し、毎分2500~  
58 3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし、  
59 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により直ちに試験を行うとき、  
60 波長260~350nmにおける試料溶液の吸光度は0.10以下であ  
61 る。

62 (8) 硫酸呈色物 本品5mLをネスラー管にとり、硫酸呈  
63 色物用硫酸5mLを加え、水浴中で2分間加熱した後、取り出  
64 し、直ちに5秒間激しく上下に振り混ぜる。この操作を引き  
65 続き4回繰り返すとき、流動パラフィン層は変色しない。ま  
66 た、硫酸層の色は次の比較液より濃くない。

67 比較液：塩化鉄(III)の色の比較原液3.0mLに塩化コバルト  
68 (II)の色の比較原液1.5mL及び硫酸銅(II)の色の比較原  
69 液0.50mLを加えて振り混ぜる。

70 貯法 容器 気密容器。

## 1 軽質流動パラフィン

### 1 軽質流動パラフィン

#### 2 Light Liquid Paraffin

3 本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である。

4 本品は安定剤として適当な型のトコフェロール0.001%以  
5 下を加えることができる。

6 性状 本品は無色で、ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で、  
7 におい及び味はない。

8 本品はジエチルエーテルに溶けやすく、水又はエタノール  
9 (95)にほとんど溶けない。

10 沸点：300℃以上。

#### 11 確認試験

12 (1) 本品を磁製皿にとり、強く加熱して点火するとき、明  
13 るい炎をだして燃え、パラフィン蒸気のおおいを發する。

14 (2) 本品0.5gにイオウ0.5gを加え、注意して振り混ぜなが  
15 ら加熱するとき、硫化水素のおおいを發する。

16 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$ : 0.830~0.870

17 粘度 (2.53) 37mm<sup>2</sup>/s未満(第1法, 37.8℃).

#### 18 純度試験

19 (1) におい 本品を小ビーカーにとり、水浴上で加熱する  
20 とき、異臭を發しない。

21 (2) 酸又はアルカリ 本品10mLに熱湯10mL及びフェノ  
22 ールフタレイン試液1滴を加えて激しく振り混ぜるとき、赤  
23 色を呈しない。また、これに0.02mol/L水酸化ナトリウム液  
24 0.20mLを加えて振り混ぜるとき、赤色を呈する。

25 (3) 重金属 (1.07) 本品2.0gをるつぼにとり、徐々に加  
26 熱して炭化した後、450~550℃で灰化する。冷後、塩酸  
27 2mLを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸2mL及  
28 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
29 比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mL  
30 とする(10ppm以下)。

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

33 (5) 固形パラフィン 本品を105℃で2時間乾燥し、その  
34 50mLをネスラー管にとり、氷水中で4時間冷却するとき、  
35 混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない。

36 比較液：0.01mol/L塩酸1.5mLに希硝酸6mL及び水を加え  
37 て50mLとし、硝酸銀試液1mLを加え、5分間放置する。

38 (6) イオウ化合物 本品4.0mLにエタノール(99.5)2mLを  
39 加え、水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(II)を飽和した  
40 澄明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜながら、70℃で10分  
41 間加熱した後、放冷するとき、液は暗褐色を呈しない。

42 (7) 多環芳香族炭化水素 本品25mLを25mLのメスシリ  
43 ンダーにとり、100mLの分液漏斗に移し、メスシリンダー  
44 を吸収スペクトル用ヘキサン25mLで洗い、洗液を分液漏斗  
45 に合わせ、よく振り混ぜる。これに吸収スペクトル用ジメチ  
46 ルスルホキシド5.0mLを加え、2分間激しく振り混ぜた後、  
47 15分間放置する。下層を50mLの分液漏斗に移し、吸収スペ  
48 クトル用ヘキサン2mLを加え、2分間激しく振り混ぜた後、  
49 2分間静置する。下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し、毎  
50 分2500~3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を  
51 試料溶液とする。別に吸収スペクトル用ヘキサン25mLを  
52 50mLの分液漏斗にとり、吸収スペクトル用ジメチルスルホ

53 キシド5.0mLを加え、2分間激しく振り混ぜた後、2分間静  
54 置する。下層を10mLの栓付遠心沈殿管に移し、毎分2500~  
55 3000回転で約10分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし、  
56 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により直ちに試験を行うとき、  
57 波長260~350nmにおける試料溶液の吸光度は0.10以下であ  
58 る。

59 (8) 硫酸呈色物 本品5mLをネスラー管にとり、硫酸呈  
60 色物用硫酸5mLを加え、水浴中で2分間加熱した後、取り出  
61 し、直ちに5秒間激しく上下に振り混ぜる。この操作を引き  
62 続き4回繰り返すとき、流動パラフィン層は変色しない。ま  
63 た、硫酸層の色は次の比較液より濃くない。

64 比較液：塩化鉄(III)の色と比較原液3.0mLに塩化コバルト  
65 (II)の色と比較原液1.5mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
66 液0.50mLを加えて振り混ぜる。

67 貯法 容器 気密容器。

## 1 パラホルムアルデヒド

2 Paraformaldehyde

3  $(\text{CH}_2\text{O})_n$ 

4 Poly(oxymethylene)

5 [30525-89-4]

6 本品は定量するとき、ホルムアルデヒド( $\text{CH}_2\text{O}$  :  
7 30.03)95.0%以上を含む。

8 性状 本品は白色の粉末で、わずかにホルムアルデヒド臭があ  
9 り、加熱するとき、強い刺激性のにおいを発する。

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

12 本品は熱湯、熱希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモ  
13 ニア試液に溶ける。

14 本品は約 $100^\circ\text{C}$ で昇華する。

## 15 確認試験

16 (1) 本品0.1gをアンモニア試液5mLに溶かし、硝酸銀試  
17 液5mLを加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液(1→  
18 10)3mLを加えるとき、直ちに器壁に銀鏡を生じる。

19 (2) 本品0.02gにサリチル酸0.04gを硫酸5mLに溶かした  
20 液を加え、徐々に加温するとき、液は持続する暗赤色を呈す  
21 る。

## 22 純度試験

23 (1) 溶状 本品0.20gをアンモニア試液10mLに溶かすと  
24 き、液は無色澄明である。

25 (2) 液性 本品0.5gに水10mLを加えて1分間激しく振り  
26 混ぜ、ろ過するとき、液は中性である。

27 (3) 塩化物 (1.03) 本品1.5gに水75mL及び炭酸ナトリウ  
28 ム試液7.5mLを加えて溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固し  
29 た後、約 $500^\circ\text{C}$ に強熱する。残留物を水15mLに溶かし、必  
30 要ならばろ過し、薄めた硝酸(3→10)を加えて中性とし、希  
31 硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試  
32 験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLに炭酸ナトリウ  
33 ム試液7.5mL、中性とするのに要した量の薄めた硝酸(3→  
34 10)、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.006%以下)。

35 (4) 硫酸塩 (1.14) 本品1.5gに水45mL及び炭酸ナトリウ  
36 ム試液4.5mLを加えて溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固し  
37 た後、約 $500^\circ\text{C}$ に強熱する。残留物を水15mLに溶かし、必  
38 要ならばろ過し、薄めた塩酸(3→5)を加えて中性とし、5分  
39 間煮沸する。冷後、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。  
40 これを検液とし、試験を行う。比較液は炭酸ナトリウム試液  
41 4.5mLに中性とするのに要した量の薄めた塩酸(3→5)及び水  
42 15mLを加えて5分間煮沸し、冷後、0.005mol/L硫酸0.35mL、  
43 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以下)。

44 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

45 定量法 本品約50mgを精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水酸化  
46 カリウム試液10mLに溶かし、水40mL及び正確に0.05mol/L  
47 ヨウ素液50mLを加えて密栓し、5分間放置する。次に希塩  
48 酸5mLを加えて直ちに密栓し、15分間放置した後、過量の  
49 ヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する  
50 (指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

51 0.05mol/Lヨウ素液1mL=1.501mg  $\text{CH}_2\text{O}$

1 歯科用パラホルムパスタ

1 歯科用パラホルムパスタ

2 Dental Paraformaldehyde Paste

3 製法

パラホルムアルデヒド, 細末	35g
プロカイン塩酸塩, 細末	35g
加水ラノリン	適量
全量	100g

4 以上をとり, 軟膏剤の製法により製する.

5 性状 本品は帯黄白色で, 特異なにおいがある.

6 確認試験

7 (1) 本品0.15gにジエチルエーテル20mL及び0.5mol/L水  
8 酸化ナトリウム試液20mLを加えてよく振り混ぜた後, 水層  
9 を分取し, 水を加えて100mLとする. この液1mLにアセチ  
10 ルアセトン試液10mLを加え, 水浴上で10分間加熱するとき,  
11 液は黄色を呈する(パラホルムアルデヒド).

12 (2) (1)のジエチルエーテル層に希塩酸5mL及び水20mL  
13 を加えてよく振り混ぜた後, 水層を分取する. この液は芳香  
14 族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する(プロカイン塩酸塩).

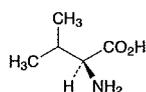
15 (3) 本品0.15gにジエチルエーテル25mL及び水25mLを加  
16 えて振り混ぜた後, 水層を分取し, ろ過し, ろ液を試料溶液  
17 とする. 別に塩酸プロカイン0.01gを水5mLに溶かし, 標準  
18 溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー  
19 (2.03) により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
20 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
21 て調製した薄層板にスポットする. 次に酢酸エチル/エタノ  
22 ール(99.5)/アンモニア水(28)混液(50 : 5 : 1)を展開溶媒と  
23 して約10cm展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線  
24 (主波長254nm)を照射するとき, 試料溶液及び標準溶液から  
25 得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい.

26 貯法 容器 気密容器.

1 L-バリン

1 L-バリン

2 L-Valine



4  $C_5H_{11}NO_2$  : 117.15

5 (2S)-2-Amino-3-methylbutanoic acid

6 [72-18-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-バリン  
8 ( $C_5H_{11}NO_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
10 又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに甘い、後  
11 に苦い。

12 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノー  
13 ル(95)にほとんど溶けない。

14 本品は希塩酸に溶ける。

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

19 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +26.5~+29.0°(乾燥後, 2g,  
20 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

21 pH (2.54) 本品0.5gを水20mLに溶かした液のpHは5.5~  
22 6.5である。

23 純度試験

24 (1) 溶状 本品0.5gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
25 明である。

26 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
27 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

28 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
29 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

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

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

37 (7) 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし、試料溶液  
38 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
39 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
40 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
41 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
42 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
43 製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢  
44 酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
45 薄層板を80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリンのア  
46 セトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間加熱  
47 するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
48 標準溶液から得たスポットより濃くない。

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

50 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品を乾燥し、その約0.12gを精密に量り、ギ酸3mL  
52 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
53 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
54 補正する。

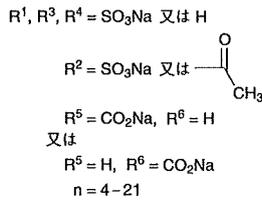
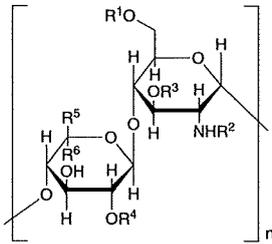
55 0.1mol/L過塩素酸1mL=11.72mg  $C_5H_{11}NO_2$

56 貯法 容器 気密容器。

1 パルナパリンナトリウム

1 パルナパリンナトリウム

2 Parnaparin Sodium



3

4 本品は健康なブタの腸粘膜から得たヘパリンナトリウムを  
5 過酸化水素及び酢酸第二銅を用いて分解して得た低分子ヘパ  
6 リンナトリウムで、質量平均分子量は4500~6500である。

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり、抗第  
8 Xa因子活性70~95低分子量ヘパリン単位を含む。

9 性状 本品は白色~微黄色の粉末である。

10 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にほとん  
11 ど溶けない。

12 本品は吸湿性である。

13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→20)0.1mLを、トルイジンブルーO  
15 溶液(1→10000)10mLに加えて振り混ぜるとき、液の色は  
16 青色から、直ちに紫色に変わる。

17 (2) 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応  
18 (1.09)を呈する。

19 pH (2.54) 本品0.1gを水10mLに溶かした液のpHは6.0~  
20 8.0である。

21 純度試験

22 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色~  
23 微黄色澄明である。

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

27 乾燥減量 (2.41) 8.0%以下(0.2g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
28 3時間)。

29 分子量 本品は次の方法により分子量を測定するとき、質量平  
30 均分子量は4500~6500である。

31 (i) 検量線の作成 分子量測定用低分子量ヘパリン20mg  
32 を移動相2.0mLに溶かし、標準溶液とする。標準溶液50μL  
33 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により  
34 試験を行う。紫外吸光度計から得たクロマトグラムにおけ  
35 るピークの高さを $H_{UV}$ 、示差屈折計から得たクロマトグラム  
36 におけるピークの高さを $H_{RI}$ とし、対応する各ピークの吸光  
37 度に対する示差屈折強度の比 $H_{RI}/H_{UV}$ を求める。紫外吸光  
38 度計から得たクロマトグラムにおける低分子量側から4番  
39 目のピークの分子量を2400とし、この値をそのピークの $H_{RI}$

40 / $H_{UV}$ で除し、得られた値を標準化係数とする。標準化係数  
41 を各ピークの $H_{RI}/H_{UV}$ に乘じ、得られた値をそれぞれのピー  
42 クの分子量とする。各ピークの分子量の対数と、示差屈折  
43 計から得られたクロマトグラムにおけるピーク保持時間との  
44 関係から検量線を作成する。

45 試験条件

46 検出器：紫外吸光度計(測定波長：234nm)及び示差屈  
47 折計

48 カラム：内径7.5mm, 長さ30cmのステンレス管に液体  
49 クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんした  
50 ものを2本連結する。ただし、1本は排除限界分子量  
51 が約500000のものを、1本は排除限界分子量が約  
52 100000のものを、ポンプ、排除限界分子量約  
53 500000のカラム, 排除限界分子量約100000のカラム,  
54 紫外吸光度計, 示差屈折計の順に接続する。

55 カラム温度：40°C付近の一定温度

56 移動相：無水硫酸ナトリウム28.4gを水1000mLに溶か  
57 し、0.05mol/L硫酸試液でpH5.0に調整する。

58 流量：毎分0.5mL

59 システム適合性

60 システムの性能：標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、紫外吸光度計及び示差屈折計から得  
62 られたクロマトグラムにおいて、それぞれ10個以上  
63 のピークが認められるものを用いる。

64 システムの再現性：標準溶液50μLにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、低分子量側から4番目の  
66 ピークの高さ( $H_{UV}$ 及び $H_{RI}$ )の標準偏差は3.0%以下で  
67 ある。

68 (ii) 分子量の測定 本品20mgを移動相2.0mLに溶かし、  
69 試料溶液とする。試料溶液50μLにつき、次の条件で液体ク  
70 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。保持時間30~  
71 45分の間に認められる主ピークにつき、ピークの始端から  
72 終わりまでを30秒間隔で分割し、各画分の示差屈折強度  
73 を求める。次に各画分の分子量を、あらかじめ作成した検量  
74 線を用いて計算する。各画分の示差屈折強度及び分子量から、  
75 ピーク全体の質量平均分子量を次式により求める。

76 質量平均分子量 =  $\frac{\sum (m_i \cdot M_i)}{\sum m_i}$

77  $m_i$  : 主ピークの*i*番目の画分の示差屈折強度

78  $M_i$  : 主ピークの*i*番目の画分の分子量

79 試験条件

80 検出器：示差屈折計

81 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は(i)検量線の作  
82 成の試験条件を準用する。

83 システム適合性

84 (i) 検量線の作成のシステム適合性を準用する。

85 分子量分布 本品は、分子量の項の方法により分子量を測定し、  
86 次式により分子量分布を求めるとき、全分子の80%以上が  
87 分子量1500~10000である。

88 分子量分布(%) =  $\frac{\sum n_j}{\sum m_j} \times 100$

89  $n_i$  : 主ピークの*i*番目の画分の示差屈折強度

90  $\sum n_j$  : 主ピークの分子量1500~10000の画分の示差屈折強度

2 パルナバリンナトリウム

91 度の合計  
 92 硫酸エステル化の度合 本品0.5gを水10mLに溶かし、強塩基  
 93 性イオン交換樹脂5mLで処理した後、強酸性イオン交換樹  
 94 脂10mLで処理する。この液に水を加えて50mLとした後、  
 95 0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定  
 96 法)。得られた当量点から次式により硫酸エステル化の度合  
 97 を求めるとき、2.0~2.4である。

98 硫酸エステル化の度合  
 99 
$$= \frac{\text{第一当量点(mL)}}{\text{第二当量点(mL)} - \text{第一当量点(mL)}}$$

100 総窒素 本品を乾燥し、その約0.10gを精密に量り、窒素定量  
 101 法(1.08)により試験を行うとき、窒素(N: 14.01)の量は1.9  
 102 ~2.3%である。

103 抗第IIa因子活性 本品は次の方法により抗第IIa因子活性を  
 104 測定するとき、換算した乾燥物に対し、1mg中35~60低分  
 105 子量ヘパリン単位(抗第IIa因子活性)を含む。

106 (i) 標準溶液 低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶  
 107 かし、1mL中に0.1、0.2及び0.3低分子量ヘパリン単位(抗第  
 108 IIa因子活性)を含むように調製する。

109 (ii) 試料溶液 本品約50mgを精密に量り、生理食塩液に  
 110 溶かし、1mL中に4 $\mu$ gを含むように調製する。

111 (iii) 操作法 プラスチック製試験管に、試料溶液及び標準  
 112 溶液を別々に0.10mLずつ入れ、更にそれぞれにヒト正常血  
 113 漿0.10mLずつを加え、混ぜ合わせ、37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに正確に1分間  
 114 保つ。次にそれぞれの試験管に、あらかじめ37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに保つ  
 115 た活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液0.10mLずつ  
 116 を加え、混ぜ合わせ、37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに正確に5分間保つ。その後  
 117 それぞれの試験管に、あらかじめ37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに保つ塩化カル  
 118 シウム溶液(277 $\rightarrow$ 100000)0.10mLずつを加え、混ぜ合わせ、  
 119 同時に秒時計を動かし、37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに保ち、フィブリンの凝固  
 120 が起こるまでの時間を測定する。

121 (iv) 計算法 それぞれの標準溶液から得た液の凝固時間か  
 122 ら作成した検量線を用いて、試料溶液の低分子量ヘパリン単  
 123 位(抗第IIa因子活性)数を求め、次式により1mg中の低分子  
 124 量ヘパリン単位(抗第IIa因子活性)数を求める。

125 本品1mg中の低分子量ヘパリン単位(抗第IIa因子活性)数  
 126 
$$= \text{試料溶液1mL中の低分子量ヘパリン単位(抗第IIa因子}$$
  
 127 
$$\text{活性)数} \times b/a$$

128 a: 本品の秤取量(mg)  
 129 b: 試料溶液を調製したときの全容量(mL)

130 抗第Xa因子活性・抗第IIa因子活性比 定量法で得た抗第Xa因  
 131 子活性を、抗第IIa因子活性で得た抗第IIa因子活性で除し、  
 132 抗第Xa因子活性・抗第IIa因子活性比を求めるとき1.5~2.5  
 133 である。

134 定量法

135 (i) 標準溶液 低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶  
 136 かし、1mL中に0.4、0.6及び0.8低分子量ヘパリン単位(抗第  
 137 Xa因子活性)を含むように調製する。

138 (ii) 試料溶液 本品約50mgを精密に量り、生理食塩液に  
 139 溶かし、1mL中に7 $\mu$ gを含むように調製する。

140 (iii) 操作法 プラスチック製試験管に、試料溶液及び標準  
 141 溶液を別々に0.10mLずつ入れ、更にそれぞれにpH8.4のト

142 リス緩衝液0.70mL、アンチトロンビンIII溶液0.10mL及び  
 143 ヒト正常血漿0.10mLずつを加え、混ぜ合わせる。別のプラ  
 144 スチック製試験管に、これらの液を別々に0.20mLずつ入れ、  
 145 37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに正確に3分間保つ。次にそれぞれの試験管に、第  
 146 Xa因子試液0.10mLずつを加え、混ぜ合わせ、37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに正  
 147 確に30秒間保つた後、直ちに発色性合成基質溶液(3 $\rightarrow$   
 148 4000)0.20mLずつを加え、混ぜ合わせ、更に37 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cに正確  
 149 に3分間保つ。その後それぞれの試験管に薄めた酢酸(100)(1  
 150  $\rightarrow$ 2)0.30mLずつを加えて反応を停止させる。別にプラスチ  
 151 ック製試験管に生理食塩液0.10mLをとり、pH8.4のトリス  
 152 緩衝液0.70mL、アンチトロンビンIII試液0.10mL及びヒト  
 153 正常血漿0.10mLを加え、混ぜ合わせる。別のプラスチック  
 154 製試験管に、この液0.20mLをとり、水0.30mL及び薄めた  
 155 酢酸(100)(1 $\rightarrow$ 2)0.30mLを加え、混ぜ合わせる。この液を対  
 156 照として、紫外可視吸光度測定法(2.24)により、試料溶液  
 157 及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長405nmにおける  
 158 吸光度を測定する。

159 (iv) 計算法 それぞれの標準溶液から得た液の吸光度と濃  
 160 度の対数から作成した検量線を用いて、試料溶液の低分子量  
 161 ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数を求め、次式に従って1mg  
 162 中の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数を計算する。

163 本品1mg中の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活性)数  
 164 
$$= \text{試料溶液1mL中の低分子量ヘパリン単位(抗第Xa因子活}$$
  
 165 
$$\text{性)数} \times b/a$$

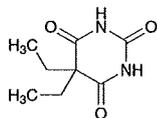
166 a: 本品の秤取量(mg)  
 167 b: 試料溶液を調製したときの全容量(mL)

168 貯法 容器 密封容器。

1 バルビタール

1 バルビタール

2 Barbitol



4  $C_8H_{12}N_2O_3$  : 184.19

5 5,5-Diethylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

6 [57-44-3]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、バルビタール  
8 ( $C_8H_{12}N_2O_3$ )99.0%以上を含む。

9 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  
10 で、においはなく、味はわずかに苦い。

11 本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく、エタノール  
12 (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、  
13 水又はクロロホルムに溶けにくい。

14 本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。  
15 本品の飽和水溶液のpHは5.0~6.0である。

16 確認試験

17 (1) 本品0.2gに水酸化ナトリウム試液10mLを加えて煮沸  
18 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。

19 (2) 本品0.05gを薄めたピリジン(1→10)5mLに溶かし、硫  
20 酸銅(II)試液0.3mLを加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、  
21 赤紫色の沈殿を生じる。また、これにクロロホルム5mLを  
22 加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。  
23 別に本品0.05gをとり、pH10.7のアンモニア・塩化アンモニ  
24 ウム緩衝液2~3滴及び薄めたピリジン(1→10)5mLを加えて  
25 溶かし、クロロホルム5mL及び硫酸銅(II)試液0.3mLを加え  
26 るとき、水層に赤紫色の沈殿を生じ、この沈殿は振り混ぜる  
27 とき、クロロホルムに溶けない。

28 (3) 本品0.4gに無水炭酸ナトリウム0.1g及び水4mLを加え  
29 て振り混ぜ、4-ニトロ塩化ベンジル0.3gをエタノール  
30 (95)7mLに溶かした液を加え、還流冷却器を付け、水浴上で  
31 30分間加熱した後、1時間放置し、析出した結晶をろ取し、  
32 水酸化ナトリウム試液7mL及び水少量で洗い、エタノール  
33 (95)/クロロホルム混液(1:1)から再結晶し、105°Cで30分  
34 間乾燥するとき、その融点(2.60)は192~196°Cである。

35 融点(2.60) 189~192°C

36 純度試験

37 (1) 溶状 本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶か  
38 すとき、液は無色澄明である。

39 (2) 塩化物(1.03) 本品0.30gをアセトン20mLに溶かし、  
40 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
41 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン  
42 20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以  
43 下)。

44 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.40gをアセトン20mLに溶かし、  
45 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
46 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLにアセトン  
47 20mL、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.048%以  
48 下)。

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

52 (5) 硫酸呈色物(1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
53 液の色は色の比較液Aより濃くない。

54 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

55 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、エタノール

57 (95)5mL及びクロロホルム50mLを加えて溶かし、0.1mol/L

58 水酸化カリウム・エタノール液で滴定(2.50)する(指示薬:

59 アリザリンエローGG・チモールフタレイン試液1mL)。た

60 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

61 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

62 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

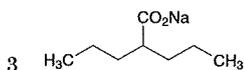
63 =18.42mg  $C_8H_{12}N_2O_3$

64 貯法 容器 密閉容器。

# 1 バルプロ酸ナトリウム

## 1 バルプロ酸ナトリウム

2 Sodium Valproate



4  $C_8H_{15}NaO_2$  : 166.19

5 Monosodium 2-propylpentanoate

6 [1069-66-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、バルプロ酸ナトリウ  
8 ム( $C_8H_{15}NaO_2$ )98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)又は酢酸  
11 (100)に溶けやすい。

12 本品は吸湿性である。

### 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→20)5mLに硝酸コバルト(II)六水和  
15 物溶液(1→20)1mLを加え、水浴上で加温するとき、紫色の  
16 沈殿を生じる。

17 (2) 本品0.5gを水5mLに溶かし、ジエチルエーテル5mL  
18 及び2mol/L塩酸試液1mLを加えて1分間激しく振り混ぜる。  
19 ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、  
20 ろ過する。ろ液の溶媒を留去し、残留物につき、赤外吸収ス  
21 ペクトル測定法(2.25)の液膜法により測定して得たスペク  
22 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
23 トルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (3) 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応  
25 (1.09)を呈する。

26 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.0~  
27 8.5である。

### 28 純度試験

29 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gを水44mLに溶かし、希塩酸  
30 6mLを加えて振り混ぜ、5分間放置した後、ろ過し、初めの  
31 ろ液5mLを除き、次のろ液25mLをとり、アンモニア試液で  
32 中和した後、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これ  
33 を検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢酸  
34 2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

35 (2) 類縁物質 本品0.10gをギ酸/酢酸メチル混液(1:  
36 1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
37 り、ギ酸/酢酸メチル混液(1:1)を加えて正確に200mLと  
38 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確  
39 にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により  
40 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  
41 により測定するとき、試料溶液のバルプロ酸以外のピークの  
42 合計面積は、標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きく  
43 ない。

### 44 試験条件

45 検出器:水素炎イオン化検出器

46 カラム:内径3mm、長さ2mのガラス管にガスクロマト  
47 グラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステ  
48 ル及びリン酸を150~180μmのガスクロマトグラフィー  
49 用ケイソウ土に5%及び1%の割合で被覆したもの

50 を充てんする。

51 カラム温度:145°C付近の一定温度

52 キャリヤーガス:窒素

53 流量:バルプロ酸の保持時間が約7分になるように調整  
54 する。

55 面積測定範囲:溶媒のピークの後からバルプロ酸の保持  
56 時間の約2倍の範囲

57 システム適合性

58 システムの性能:試料溶液2mL及び*n*-吉草酸8μLを量  
59 り、ギ酸/酢酸メチル混液(1:1)を加えて10mLとする。  
60 この液2μLにつき、上記の条件で操作するとき、  
61 *n*-吉草酸、バルプロ酸の順に溶出し、その分離度は  
62 5以上である。

63 システムの再現性:標準溶液2mLを正確に量り、ギ酸  
64 /酢酸メチル混液(1:1)を加えて10mLとする。この  
65 液2μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、  
66 バルプロ酸のピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下  
67 である。

68 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

69 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸  
70 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
71 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

72 0.1mol/L過塩素酸1mL=16.62mg  $C_8H_{15}NaO_2$

73 貯法 容器 気密容器。

## 1 バルプロ酸ナトリウム錠

## 2 Sodium Valproate 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 バルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>: 166.19)を含む。

5 製法 本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり、錠剤の製法に  
6 より製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「バルプロ酸ナトリ  
8 ウム」0.5gに対応する量を取り、水10mLを加えてよく振り  
9 混ぜた後、遠心分離する。上澄液5mLに硝酸コバルト(II)六  
10 水和物溶液(1→20)1mLを加え、水浴上で加温するとき、紫  
11 色の沈殿を生じる。

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

14 本品1個をとり、移動相7V/10 mLを加えて激しく振り混  
15 ぜた後、1mL中にバルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)約1mg  
16 を含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとし、遠  
17 心分離する。上澄液をろ過し、ろ液20mLを正確に量り、内  
18 標準溶液5mLを正確に加え、よく振り混ぜ、試料溶液とす  
19 る。以下定量法を準用する。

20 バルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$21 = M_s \times Q_T / Q_S \times V / 100$$

22 M<sub>s</sub>: 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

23 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(1→  
24 50000)

25 溶性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、シンカーを使用し  
26 て、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品  
27 の30分間の溶出率は85%以上である。

28 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
29 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
30 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
31 正確に量り、表示量に従い1mL中にバルプロ酸ナトリウム  
32 (C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)約0.11mgを含む液となるように水を加えて正  
33 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用バルプロ酸  
34 ナトリウムを105°Cで3時間乾燥し、その約56mgを精密に量  
35 り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に  
36 量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料  
37 溶液及び標準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
38 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの  
39 液のバルプロ酸のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

40 バルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率  
41 (%)

$$42 = M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

43 M<sub>s</sub>: 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

44 C: 1錠中のバルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)の表示量  
45 (mg)

46 試験条件

47 定量法の試験条件を準用する。

48 システム適合性

49 システムの性能: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で

50 操作するとき、バルプロ酸のピークの理論段数及びシ  
51 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下で  
52 ある。

53 システムの再現性: 標準溶液50μLにつき、上記の条件  
54 で試験を6回繰り返すとき、バルプロ酸のピーク面積  
55 の相対標準偏差は、1.5%以下である。

56 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
57 とする。バルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)約0.2gに対応す  
58 る量を精密に量り、移動相約160mLを加えてよく振り混ぜ  
59 た後、移動相を加えて正確に200mLとし、遠心分離する。  
60 上澄液をろ過し、ろ液20mLを正確に量り、内標準溶液5mL  
61 を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用バルプロ酸ナト  
62 リウムを105°Cで3時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、  
63 移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液20mLを正確  
64 に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準溶液とする。  
65 試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマ  
66 トグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピー  
67 ク面積に対するバルプロ酸のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求  
68 める。

69 バルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$70 = M_s \times Q_T / Q_S \times 2$$

71 M<sub>s</sub>: 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

72 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(1→  
73 50000)

74 試験条件

75 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

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

79 カラム温度: 25°C付近の一定温度

80 移動相: pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試  
81 液/アセトニトリル混液(1: 1)

82 流量: バルプロ酸の保持時間が約6分になるように調整  
83 する。

84 システム適合性

85 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
86 操作するとき、内標準物質、バルプロ酸の順に溶出し、  
87 その分離度は7以上である。

88 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
89 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
90 に対するバルプロ酸のピーク面積の比の相対標準偏差  
91 は1.0%以下である。

92 貯法 容器 気密容器。

## 1 バルプロ酸ナトリウムシロップ

### 1 バルプロ酸ナトリウムシロップ

#### 2 Sodium Valproate Syrup

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 バルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$  : 166.19)を含む。

5 製法 本品は「バルプロ酸ナトリウム」をとり、シロップ剤の  
6 製法により製する。

7 確認試験 本品の表示量に従い「バルプロ酸ナトリウム」  
8 50mgに対応する容量をとり、水を加えて10mLとする。こ  
9 の液5mLに硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→20)1mLを加  
10 え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。

11 微生物限度 (4.05) 本品1mL当たり、総好気性微生物数の許  
12 容基準は $10^2$ CFU、総真菌数の許容基準は $10^1$ CFUである。  
13 また、大腸菌は認めない。

14 定量法 本品のバルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )約0.1gに対  
15 応する容量を正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。  
16 この液20mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
17 試料溶液とする。別に定量用バルプロ酸ナトリウムを105℃  
18 で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、水に溶かし、  
19 正確に50mLとする。この液20mLを正確に量り、内標準溶  
20 液5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
21 溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
22 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
23 るバルプロ酸のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

24 バルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )の量(mg)  
25 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

26  $M_S$  : 定量用バルプロ酸ナトリウムの秤取量(mg)

27 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(1→  
28 50000)

29 試験条件

30 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 210nm)

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

34 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

35 移動相 : pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試  
36 液/アセトニトリル混液(1 : 1)

37 流量 : バルプロ酸の保持時間が約6分になるように調整  
38 する。

39 システム適合性

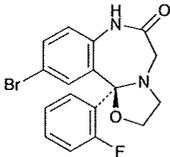
40 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
41 操作するとき、内標準物質、バルプロ酸の順に溶出し、  
42 その分離度は7以上である。

43 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
44 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
45 に対するバルプロ酸のピーク面積の比の相対標準偏差  
46 は1.0%以下である。

47 貯法 容器 気密容器。

## 1 ハロキサゾラム

## 2 Haloxazolam



及び鏡像異性体

4  $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$  : 377.215 (11bRS)-10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2,3,7,11b-  
6 tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-d][1,4]benzodiazepin-6(5H)-  
7 one

8 [59128-97-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ハロキサゾラム  
10 ( $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$ )99.0%以上を含む。11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味は  
12 ない。13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、アセトニトリル、メタノ  
14 ール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、ジエチルエー  
15 テルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

16 融点：約183°C(分解)。

## 17 確認試験

18 (1) 本品0.01gをメタノール10mLに溶かし、塩酸1滴を加  
19 えた後、紫外線(主波長365nm)を照射するとき、液は黄緑色  
20 の蛍光を発する。この液に水酸化ナトリウム試液1mLを加  
21 えるとき、液の蛍光は直ちに消える。22 (2) 本品0.05gをとり、希水酸化ナトリウム試液20mL及  
23 び過酸化水素(30)1mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃  
24 焼法(1.06)により得た検液は臭化物及びフッ化物の定性反  
25 応(1.09)を呈する。26 (3) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
27 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
28 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
29 の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  
30 る。31 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
32 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  
33 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
34 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。35 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$ (247nm) : 390~410(10mg, メタノール,  
36 1000mL)。

## 37 純度試験

38 (1) 溶状 本品0.10gをエタノール(99.5)20mLに溶かすと  
39 き、液は無色澄明である。40 (2) 可溶性ハロゲン化物 本品1.0gに水50mLを加え、  
41 時々振り混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液  
42 25mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
43 れを検液とし、以下塩化物試験法(1.03)を準用する。比較  
44 液には0.01mol/L塩酸0.10mLを加える。45 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
46 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
47 下)。48 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gを分解フラスコに入れ、硝酸  
49 5mL及び硫酸2mLを加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、  
50 白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸2mLを  
51 加えて加熱し、これを2回繰り返し、更に過酸化水素  
52 (30)2mLずつを数回加えて液が無色~微黄色となるまで加熱  
53 する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え、  
54 再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて5mL  
55 とし、これを検液とし、試験を行うとき、次の比較液より濃  
56 くない(2ppm以下)。57 比較液：本品を用いないで同様に操作した後、ヒ素標準液  
58 2.0mL及び水を加えて5mLとし、以下検液の試験と同  
59 様に操作する。60 (5) 類縁物質 本品0.10gをアセトニトリル100mLに溶か  
61 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトニ  
62 トリルを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
63 溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体  
64 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
65 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  
66 料溶液のハロキサゾラム以外のピークの合計面積は、標準溶  
67 液のハロキサゾラムのピーク面積より大きくない。

## 68 試験条件

69 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

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

73 カラム温度：25°C付近の一定温度

74 移動相：ホウ酸6.2g及び塩化カリウム7.5gを水900mL  
75 に溶かし、トリエチルアミンでpHを8.5に調整した後、  
76 水を加えて1000mLとする。この液300mLにアセト  
77 ニトリル200mLを加える。78 流量：ハロキサゾラムの保持時間が約10分になるよう  
79 に調整する。80 面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロキサゾラムの  
81 保持時間の約3倍の範囲

## 82 システム適合性

83 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、アセトニト  
84 リルを加えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから  
85 得たハロキサゾラムのピーク面積が、標準溶液のハロ  
86 キサゾラムのピーク面積の8~12%になることを確認  
87 する。88 システムの性能：本品及びクロキサゾラム10mgずつを  
89 アセトニトリル200mLに溶かす。この液10 $\mu$ Lにつき、  
90 上記の条件で操作するとき、ハロキサゾラム、クロキ  
91 サゾラムの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。  
92 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
93 で試験を6回繰り返し返すとき、ハロキサゾラムのピーク  
94 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

95 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

96 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金ろつば)。

97 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
98 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
99 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。100 0.1mol/L過塩素酸1mL=37.72mg  $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$

## 2 ハロキサゾラム

- 101 貯法
- 102 保存条件 遮光して保存する。
- 103 容器 気密容器。

# 1 ハロタン

## 1 ハロタン

2 Halothane



3 及び鏡像異性体

4  $C_2HBrClF_3$  : 197.38

5 (2*RS*)-2-Bromo-2-chloro-1,1,1-trifluoroethane

6 [151-67-7]

7 本品は安定剤として「チモール」0.008~0.012%を含む。

8 性状 本品は無色澄明の流動しやうい液である。

9 本品はエタノール(95), ジエチルエーテル又はイソオクタン  
10 と混和する。

11 本品は水に溶けにくい。

12 本品は揮発性で, 引火性はなく, 加熱したガスに点火して  
13 も燃えない。

14 本品は光によって変化する。

15 屈折率  $n_D^{20}$  : 1.369~1.371

16 確認試験 本品約3 $\mu$ Lを10cmの長さの光路を持つ気体セルに  
17 とり, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の気体試料測定法  
18 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  
19 を比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに  
20 同様の強度の吸収を認める。

21 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 1.872~1.877

22 純度試験

23 (1) 酸又はアルカリ 本品60mLに新たに煮沸して冷却し  
24 た水60mLを加え, 3分間激しく振り混ぜた後, 水層を分取  
25 し, 試料溶液とする。試料溶液20mLにプロモクレゾールパー  
26 プル試液1滴及び0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを  
27 加えるとき, 液の色は赤紫色である。また, 試料溶液20mL  
28 にプロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01mol/L塩酸  
29 0.6mLを加えるとき, 液の色は黄色である。

30 (2) ハロゲン化物及びハロゲン (1)の試料溶液5mLに硝  
31 酸1滴及び硝酸銀試液0.20mLを加えるとき, 液は濁らない。  
32 また, (1)の試料溶液10mLにヨウ化カリウム試液1mL及び  
33 デンブレン試液2滴を加え5分間放置するとき, 液は青色を呈  
34 しない。

35 (3) ホスゲン 本品50mLを300mLの乾燥した三角フラス  
36 コにとり, 栓をし, ホスゲン紙を栓から垂直に下げ, 下端を  
37 液面上10mmの高さに保ち, 暗所に20~24時間放置する  
38 とき, 試験紙は黄変しない。

39 (4) 蒸発残留物 本品50mLを正確に量り, 水浴上で蒸発  
40 し, 残留物を105°Cで2時間乾燥するとき, その量は1.0mg  
41 以下である。

42 (5) 揮発性類縁物質 本品100mLをとり, 内標準物質  
43 5.0 $\mu$ Lを正確に加え, 試料溶液とする。試料溶液5 $\mu$ Lにつき,  
44 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  
45 い, 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, ハ  
46 ロタン及び内標準物質以外のピークの合計面積は内標準物質  
47 のピーク面積より大きくない。

48 内標準物質 1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエ  
49 タン

50 操作条件

51 検出器: 水素炎イオン化検出器

52 カラム: 内径約3mm, 長さ3mの管の注入口側2mにガ  
53 スクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール400  
54 を180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ  
55 土に30%の割合で被覆したものを充てんし, 残りの  
56 1mにはフタル酸ジニルを180~250 $\mu$ mのガスクロ  
57 マトグラフィー用ケイソウ土に30%の割合で被覆し  
58 たものを充てんする。

59 カラム温度: 50°C付近の一定温度

60 キャリヤーガス: 窒素

61 流量: 内標準物質の保持時間が2~3分になるように調  
62 整する。

63 カラムの選定: 本品3mLと内標準物質1mLを混和する。  
64 この液1 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, 内標  
65 準物質, ハロタンの順に流出し, その分離度が10以  
66 上のものを用いる。

67 検出感度: 試料溶液5 $\mu$ Lから得た内標準物質のピーク高  
68 さがフルスケールの30~70%になるように調整する。

69 面積測定範囲: ハロタンの保持時間の約3倍の範囲

70 蒸留試験 (2.57) 49~51°Cにおいて, 1°Cの範囲で95vol%以  
71 上留出する。

72 チモール量 本品0.50mLにイソオクタン5.0mL及び酸化チタ  
73 ン(IV)試液5.0mLを加え, 30秒間激しく振り混ぜ, 放置す  
74 るとき, 上層の液の色の濃さは次の比較液Aより濃く, 比較液  
75 Bより濃くない。

76 比較液: 定量用チモール0.225gをイソオクタンに溶かし,  
77 正確に100mLとする。この液各10mLをそれぞれ正確に  
78 量り, イソオクタンを加えて正確に150mL及び100mL  
79 とする。これらの液それぞれ0.50mLにつき, 本品と同  
80 様に操作し, 上層の液を比較液A及びBとする。

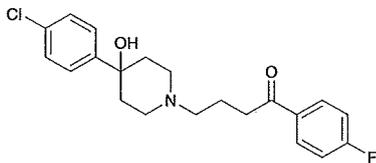
81 貯法

82 保存条件 遮光して, 30°C以下で保存する。

83 容器 気密容器。

1 ハロペリドール

2 Haloperidol



3

4  $C_{21}H_{23}ClFNO_2$  : 375.86

5 4-[4-(4-Chlorophenyl)-4-hydroxypiperidin-1-yl]-1-

6 (4-fluorophenyl)butan-1-one

7 [52-86-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ハロペリドール  
9 ( $C_{21}H_{23}ClFNO_2$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けに  
12 くく、2-プロパノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく、  
13 水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品30mgを2-プロパノール100mLに溶かす。この  
16 液5mLに0.1mol/L塩酸試液10mL及び2-プロパノールを加  
17 えて100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
18 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
19 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
20 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 融点(2.60) 149~153°C

26 純度試験

27 (1) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gに水50mLを加えて振り混ぜ  
28 た後、ろ過し、ろ液25mLに希塩酸1mL及び水を加えて  
29 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
30 0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)。

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

34 (3) 類縁物質 本品25mgを移動相50mLに溶かし、試料  
35 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
36 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
37 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
38 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
39 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のハロペリ  
40 ドール以外のピーク的面積は、標準溶液のハロペリドールの  
41 ピーク面積より大きくない。また、試料溶液のハロペリド  
42 ール以外のピークの合計面積は、標準溶液のハロペリド  
43 ールのピーク面積の2倍より大きくない。ただし、ハロペリド  
44 ールに対する相対保持時間約0.5のピーク的面積、相対保持時間  
45 約1.2のピーク的面積及び相対保持時間約2.6のピーク的面積  
46 は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.75、1.47及  
47 び0.76を乗じた値とする。

48 試験条件

49 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

53 カラム温度：40°C付近の一定温度

54 移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物2.95gを水  
55 900mLに溶かし、希塩酸を加えてpH3.5に調整した  
56 後、水を加えて1000mLとする。この液300mLにメ  
57 タノール700mLを加え、更にラウリル硫酸ナトリウ  
58 ム1.0gを加えて溶かす。

59 流量：ハロペリドールの保持時間が約9分になるように  
60 調整する。

61 面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロペリドールの  
62 保持時間の約3倍の範囲

63 システム適合性

64 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
65 えて正確に25mLとする。この液10μLから得たハロ  
66 ペリドールのピーク面積が、標準溶液のハロペリド  
67 ールの面積の15~25%になることを確認する。

68 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
69 操作するとき、ハロペリドールの理論段数及びシンメ  
70 トリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下である。  
71 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
72 で試験を6回繰り返すとき、ハロペリドールのピーク  
73 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

74 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 60°C, 酸化リン(V),  
75 3時間)。

76 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

77 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸  
78 (100)40mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
79 (指示薬：クリスタルバイオレット試液1滴)。同様の方法で  
80 空試験を行い、補正する。

81 0.1mol/L過塩素酸1mL=37.59mg  $C_{21}H_{23}ClFNO_2$

82 貯法

83 保存条件 遮光して保存する。

84 容器 気密容器。

## 1 ハロペリドール細粒

### 1 ハロペリドール細粒

#### 2 Haloperidol Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>: 375.86)を含む。

5 製法 本品は「ハロペリドール」をとり、顆粒剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ハロペリドール」  
8 6mgに対応する量を取り、2-プロパノール70mLを加え、  
9 水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する。冷後、2-  
10 プロパノールを加えて100mLとした後、遠心分離する。上  
11 澄液5mLに0.1mol/L塩酸試液2mL及び2-プロパノールを加  
12 えて20mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
13 より吸収スペクトルを測定するとき、波長219~223nm及び  
14 243~247nmに吸収の極大を示す。

15 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
16 毎分50回転で試験を行うとき、本品の60分間の溶出率は  
17 70%以上である。

18 本品の表示量に従いハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)約  
19 3mgに対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された  
20 時間に溶出液20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブ  
21 ランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次の  
22 ろ液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料  
23 溶液とする。別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾  
24 燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し、その約17mgを精密に  
25 量り、メタノールに溶かし、正確に200mLとする。この液  
26 2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶  
27 液とする。試料溶液及び標準溶液100µLずつを正確にとり、  
28 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
29 い、それぞれの液のハロペリドールのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>  
30 を測定する。

31 ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
32  $= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 18$

33 M<sub>S</sub>: 定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

34 M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

35 C: 1g中のハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

#### 36 試験条件

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

39 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 245nm)

#### 40 システム適合性

41 システムの性能: 標準溶液100µLにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、ハロペリドールのピークの理論段数及  
43 びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以  
44 下である。

45 システムの再現性: 標準溶液100µLにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、ハロペリドールのピーク  
47 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

48 粒度(6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。

49 定量法 本品を粉末とし、ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)約  
50 10mgに対応する量を精密に量り、水10mLを加え、超音波  
51 処理により粒子を小さく分散させた後、内標準溶液20mLを

52 正確に加え、超音波処理を行い、時々振り混ぜながら30分  
53 間抽出し、移動相を加えて100mLとする。更に30分間振り  
54 混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量  
55 用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時  
56 間減圧乾燥し、その約25mgを精密に量り、メタノールに溶  
57 かし、正確に25mLとする。この液10mLを正確に量り、内  
58 標準溶液20mLを正確に加え、更に移動相を加えて100mLと  
59 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10µLにつき、  
60 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
61 い、内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピー  
62 ク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

63 ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)の量(mg)

$$64 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$$

65 M<sub>S</sub>: 定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

66 内標準溶液 ジフェニルのメタノール溶液(1→2000)

#### 67 試験条件

68 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220nm)

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

72 カラム温度: 40℃付近の一定温度

73 移動相: クエン酸三ナトリウム二水和物2.95gを水  
74 900mLに溶かし、希塩酸を加えてpH3.5に調整した  
75 後、水を加えて1000mLとする。この液250mLにメ  
76 タノール750mLを加え、更にラウリル硫酸ナトリウ  
77 ム1.0gを加えて溶かす。

78 流量: ハロペリドールの保持時間が約9分になるように  
79 調整する。

#### 80 システム適合性

81 システムの性能: 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
82 操作するとき、ハロペリドール、ジフェニルの順に溶  
83 出し、その分離度は5以上である。

84 システムの再現性: 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
85 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
86 に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準  
87 偏差は1.0%以下である。

#### 88 貯法

89 保存条件 遮光して保存する。

90 容器 気密容器。

# 1 ハロペリドール錠

## 1 ハロペリドール錠

### 2 Haloperidol Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>: 375.86)を含む。

5 製法 本品は「ハロペリドール」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ハロペリドール」  
8 6mgに対応する量を取り、2-プロパノール70mLを加え、  
9 水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する。冷後、2-  
10 プロパノールを加えて100mLとした後、遠心分離し、上澄  
11 液5mLをとり、0.1mol/L塩酸試液2mL及び2-プロパノール  
12 を加えて20mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定  
13 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長219~  
14 223nm及び243~247nmに吸収の極大を示す。

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

17 本品1個をとり、移動相5mLを加え、超音波処理を行い、  
18 粒子を小さく分散させた後、移動相30mLを加え、超音波処  
19 理を行い、時々振り混ぜながら30分間抽出し、更に30分間  
20 振り混ぜた後、移動相を加えて正確に50mLとする。この液  
21 を遠心分離し、ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)約0.3mgに  
22 対応する量の上澄液V mLを正確に量り、内標準溶液2mLを  
23 正確に加え、更に移動相を加えて25mLとし、試料溶液とす  
24 る。別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤とし  
25 て60℃で3時間減圧乾燥し、その約20mgを精密に量り、移  
26 動相に溶かし、正確に100mLとする。この液15mLを正確に  
27 量り、移動相を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正  
28 確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、更に移動相を加  
29 えて25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
30 10µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
31 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するハロペリ  
32 ドールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

33 ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)の量(mg)  
34 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 3 / 4$$

35 M<sub>S</sub>: 定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

36 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→6700)

37 試験条件

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

40 システム適合性

41 システムの性能: 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、ハロペリドール、ジフェニルの順に溶  
43 出し、その分離度は5以上である。

44 システムの再現性: 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
45 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
46 に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準  
47 偏差は1.0%以下である。

48 溶出性 別に規定する。

49 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
50 とする。ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)約10mgに対応する  
51 量を精密に量り、水10mLを加え、超音波処理を行い、粒子

52 を小さく分散させた後、内標準溶液20mLを正確に加え、超  
53 音波処理を行い、時々振り混ぜながら30分間抽出し、移動  
54 相を加えて100mLとする。更に30分間振り混ぜた後、遠心  
55 分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用ハロペリド  
56 ルを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し、  
57 その約25mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
58 25mLとする。この液10mLを正確に量り、内標準溶液  
59 20mLを正確に加え、更に移動相を加えて100mLとし、標準  
60 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10µLにつき、次の条件  
61 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標  
62 準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の  
63 比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

64 ハロペリドール(C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>ClFNO<sub>2</sub>)の量(mg)  
65 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$$

66 M<sub>S</sub>: 定量用ハロペリドールの秤取量(mg)

67 内標準溶液 ジフェニルのメタノール溶液(1→2000)

68 試験条件

69 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 220nm)

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

73 カラム温度: 40℃付近の一定温度

74 移動相: クエン酸三ナトリウム二水和物2.95gを水  
75 900mLに溶かし、希塩酸を加え、pH3.5に調整した  
76 後、水を加えて1000mLとする。この液250mLにメ  
77 タノール750mLを加え、更にラウリル硫酸ナトリウ  
78 ム1.0gを加えて溶かす。

79 流量: ハロペリドールの保持時間が約9分になるように  
80 調整する。

81 システム適合性

82 システムの性能: 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
83 操作するとき、ハロペリドール、ジフェニルの順に溶  
84 出し、その分離度は5以上である。

85 システムの再現性: 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
87 に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準  
88 偏差は1.0%以下である。

89 貯法

90 保存条件 剤皮を施していないものは遮光して保存する。

91 容器 気密容器。

## 1 パンクレアチン

### 1 パンクレアチン

#### 2 Pancreatin

3 本品は食用獣、主としてブタの膵臓から製したもので、で  
4 んぶん消化力、たん白消化力及び脂肪消化力がある酵素剤で  
5 ある。

6 本品は1g当たり2800でんぶん糖化力単位以上、28000た  
7 ん白消化力単位以上及び960脂肪消化力単位以上を含む。

8 本品は通例、適当な賦形剤で薄めてある。

9 性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、特異なおいがある。

#### 10 純度試験

11 (1) 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない。

12 (2) 脂肪 本品1.0gにジエチルエーテル20mLを加え、  
13 時々振り混ぜ30分間抽出した後、ろ過し、ジエチルエーテ  
14 ル10mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、ジエチルエーテル  
15 を蒸発し、残留物を105℃で2時間乾燥するとき、その量は  
16 20mg以下である。

17 乾燥減量 (2.41) 4.0%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 24時  
18 間)。

19 強熱残分 (2.44) 5%以下(1g)。

#### 20 定量法

21 (1) でんぶん消化力 (4.03)

22 (i) 基質溶液 でんぶん消化力試験用バレイショデンプン  
23 試液を用いる。ただし、pH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリ  
24 ウム緩衝液10mLの代わりにパンクレアチン用リン酸塩緩衝  
25 液10mLを加える。

26 (ii) 試料溶液 本品約0.1gを精密に量り、適量の氷冷した  
27 水を加えて振り混ぜ、更に氷冷した水を加えて正確に  
28 100mLとする。この液10mLを正確に量り、氷冷した水を加  
29 えて正確に100mLとする。

30 (iii) 操作法 消化力試験法「1.でんぶん消化力試験法」の  
31 「1.1.でんぶん糖化力測定法」により操作する。

32 (2) たん白消化力 (4.03)

33 (i) 基質溶液 消化力試験法「2.たん白消化力試験法」の  
34 2.3.(ii)基質溶液2を用いる。ただし、pHは8.5に調整する。

35 (ii) 試料溶液 本品約0.1gを精密に量り、適量の氷冷した  
36 水を加えて振り混ぜ、更に氷冷した水を加えて正確に  
37 200mLとする。

38 (iii) 操作法 消化力試験法「2.たん白消化力試験法」によ  
39 り操作する。ただし、沈殿試液はトリクロロ酢酸試液Bを用  
40 いる。

41 (3) 脂肪消化力 (4.03)

42 (i) 乳化液 ポリビニルアルコール I 18g及びポリビニル  
43 アルコール II 2gを量り、消化力試験法「3.脂肪消化力試験  
44 法」により調製する。

45 (ii) 基質溶液 消化力試験法「3.脂肪消化力試験法」に規  
46 定するものを用いる。

47 (iii) 試料溶液 本品約0.1gを精密に量り、適量の氷冷した  
48 水を加えて振り混ぜ、更に氷冷した水を加えて正確に  
49 100mLとする。

50 (iv) 操作法 消化力試験法「3.脂肪消化力試験法」により  
51 操作する。ただし、緩衝液はpH8.0のリン酸塩緩衝液を用い  
52 る。

#### 53 貯法

54 保存条件 30℃以下で保存する。

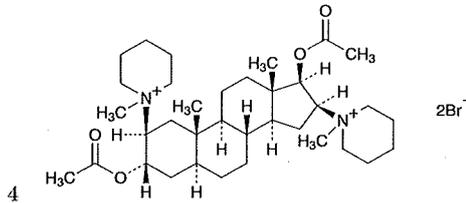
55 容器 気密容器。

1 パンクロニウム臭化物

1 パンクロニウム臭化物

2 Pancuronium Bromide

3 臭化パンクロニウム



5  $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$  : 732.67

6 1,1'-(3 $\alpha$ ,17 $\beta$ -Diacetoxy-5 $\alpha$ -androstan-2 $\beta$ ,16 $\beta$ -diyl)bis(1-

7 methylpiperidinium)dibromide

8 [15500-66-0]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、パンクロニ  
10 ウム臭化物( $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$ )98.0~102.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は無水酢  
13 酸に溶けやすい。

14 本品は吸湿性である。

15 確認試験

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

20 (2) 本品の水溶液(1→100)は臭化物の定性反応(1) (1.09)  
21 を呈する。

22 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +38~+42°(脱水物に換算したもの  
23 0.75g, 水, 25mL, 100mm).

24 pH (2.54) 本品の水溶液(1→100)のpHは4.5~6.5である。

25 純度試験

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

28 (2) 類縁物質 本品50mgをエタノール(95)5mLに溶かし、  
29 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
30 を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。別に薄層  
31 クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム5mgを正確に量り、  
32 エタノール(95)に溶かし、正確に25mLとし、標準溶液(2)と  
33 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)  
34 により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液  
35 (2)2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用い  
36 て調製した薄層板にスポットする。次に2-プロパノール/  
37 アセトニトリル/ヨウ化ナトリウム溶液(1→5)混液(17 : 2 :  
38 1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。  
39 これに亜硝酸ナトリウムのメタノール溶液(1→100)を均等に  
40 噴霧し、2分間放置した後、ヨウ化ビスマスカリウム試液を  
41 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  
42 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  
43 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  
44 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  
45 トより濃くない。

46 水分 (2.48) 8.0%以下(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

47 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品約0.2gを精密に量り、無水酢酸50mLを加え、加  
49 温して溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差  
50 滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

51 0.1mol/L過塩素酸1mL=36.63mg  $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$

52 貯法

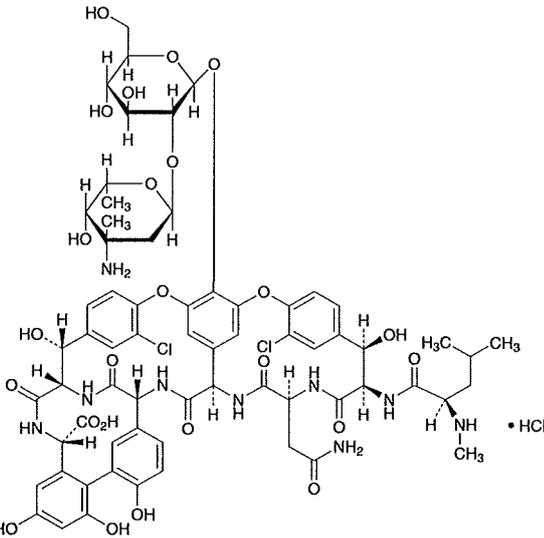
53 保存条件 遮光して保存する。

54 容器 気密容器。

1 バンコマイシン塩酸塩

2 Vancomycin Hydrochloride

3 塩酸バンコマイシン



5 C<sub>66</sub>H<sub>75</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>9</sub>O<sub>24</sub> · HCl : 1485.71

6 (1*S*,2*R*,18*R*,19*R*,22*S*,25*R*,28*R*,40*S*)-50-[3-Amino-

7 2,3,6-trideoxy-3-*C*-methyl- $\alpha$ -*L*-lyxo-hexopyranosyl-

8 (1 $\rightarrow$ 2)- $\beta$ -*D*-glucopyranosyloxy]-22-carbamoylmethyl-

9 5,15-dichloro-2,18,32,35,37-pentahydroxy-19-[(2*R*)-

10 4-methyl-2-(methylamino)pentanoylamino]-

11 20,23,26,42,44-penta-oxo-7,13-dioxo-21,24,27,41,43-

12 pentaazaocyclo[26.14.2.2<sup>3,6</sup>.2<sup>14,17</sup>.1<sup>8,12</sup>.1<sup>29,33</sup>.0<sup>10,25</sup>.0<sup>34,39</sup>]

13 pentaconta-

14 3,5,8,10,12(50),14,16,29,31,33(49),34,36,38,45,47-

15 pentadecaene-40-carboxylic acid monohydrochloride

16 [1404-93-9]

17 本品は、*Streptomyces orientalis*の培養によって得られる  
18 抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の塩酸塩である。

19 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり1000～  
20 1200 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、バンコマイ  
21 シン(C<sub>66</sub>H<sub>75</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>9</sub>O<sub>24</sub> : 1449.25)としての量を質量(力価)で示  
22 す。

23 性状 本品は白色の粉末である。

24 本品は水に溶けやすく、ホルムアミドにやや溶けやすく、  
25 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  
26 く、アセトニトリルにほとんど溶けない。

27 本品は吸湿性である。

28 確認試験

29 (1) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 10000)につき、紫外可視吸光度測  
30 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
31 トルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準  
32 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると  
33 き、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  
34 収を認める。

35 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
36 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

37 品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品のスペ  
38 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  
39 ろに同様の強度の吸収を認める。

40 (3) 本品20mgをとり、水10mLに溶かした後、硝酸銀試  
41 液1滴を加えるとき、液は白濁する。

42 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -30 $\sim$ -40 $^{\circ}$ (脱水物に換算したもの  
43 0.2g, 水, 20mL, 100mm)。

44 pH(2.54) 本品0.25gを水5mLに溶かした液のpHは2.5 $\sim$   
45 4.5である。

46 純度試験

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

50 (2) 類縁物質 本品0.10gを移動相A 10mLに溶かし、試  
51 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相Aを加えて  
52 正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
53 20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
54 (2.01)により試験を行う。必要ならば、移動相Aの20 $\mu$ L  
55 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  
56 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  
57 法により測定するとき、試料溶液のバンコマイシンのピーク  
58 以外の各々のピーク面積は標準溶液のバンコマイシンのピー  
59 ク面積より大きくない。また、試料溶液のバンコマイシン以  
60 外のピークの合計面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク  
61 面積の3倍より大きくない。

62 試験条件

63 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

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

67 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

68 移動相A：pH3.2のトリエチルアミン緩衝液/アセトニ  
69 トリル/テトラヒドロフラン混液(92 : 7 : 1)。なお、  
70 バンコマイシンの保持時間が7.5 $\sim$ 10.5分になるよう  
71 にアセトニトリルの比率を調整する。

72 移動相B：pH3.2のトリエチルアミン緩衝液/アセトニ  
73 トリル/テトラヒドロフラン混液(70 : 29 : 1)

74 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
75 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 $\sim$ 12	100	0
12 $\sim$ 20	100 $\rightarrow$ 0	0 $\rightarrow$ 100
20 $\sim$ 22	0	100

76 流量：毎分1.5mL

77 面積測定範囲：溶媒のピークの後からバンコマイシンの  
78 保持時間の約2.5倍の範囲

79 システム適合性

80 検出の確認：標準溶液20 $\mu$ Lから得たバンコマイシンの  
81 ピーク面積が、試料溶液のバンコマイシンのピーク面  
82 積の3 $\sim$ 5%になることを確認する。

83 システムの性能：本品5mgを水10mLに溶かし、65 $^{\circ}$ Cで  
84 48時間加熱した後、常温に冷却する。この液20 $\mu$ Lに  
85 つき、上記の条件で操作するとき、類縁物質1、バン

## 2 バンコマイシン塩酸塩

- 86 コマイシン及び類縁物質2の順に溶出し、類縁物質1  
87 とバンコマイシンの分離度は3以上で、バンコマイシ  
88 ンのピークの理論段数は1500段以上で、類縁物質2は  
89 15～18分に溶出する。
- 90 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
91 で試験を5回繰り返すとき、バンコマイシンのピーク  
92 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 93 水分 (2.48) 5.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定. ただし,  
94 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)  
95 を用いる).
- 96 強熱残分 (2.44) 1.0%以下(1g).
- 97 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  
98 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。
- 99 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。
- 100 (ii) 培地 培地(1)の1)の i を用いる。ただし、滅菌後の  
101 pHは6.2～6.4とする。
- 102 (iii) 標準溶液 バンコマイシン塩酸塩標準品約25mg(力価)  
103 に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に25mLとし、  
104 標準原液とする。標準原液は5 $^{\circ}$ C以下に保存し、7日以内に  
105 使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH4.5の  
106 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に100 $\mu$ g(力価)及び  
107 25 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標  
108 準溶液とする。
- 109 (iv) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量  
110 り、水に溶かして正確に25mLとする。この液適量を正確に  
111 量り、pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
112 100 $\mu$ g(力価)及び25 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料  
113 溶液及び低濃度試料溶液とする。
- 114 貯法 容器 気密容器。

## 1 注射用バンコマイシン塩酸塩

### 1 注射用バンコマイシン塩酸塩

2 Vancomycin Hydrochloride for Injection

3 注射用塩酸バンコマイシン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～115.0%に  
6 対応するバンコマイシン( $C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$  : 1449.25)を含む。

7 製法 本品は「バンコマイシン塩酸塩」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は白色の塊又は粉末である。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」  
12 5mg(力価)に対応する量を水50mLに溶かした液につき紫外  
13 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  
14 とき、波長279～283nmに吸収の極大を示す。

15 (2) 本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」  
16 20mg(力価)に対応する量をとり、水10mLに溶かした後、硝  
17 酸銀試液1滴を加えるとき、液は白濁する。

18 pH(2.54) 本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」  
19 0.5g(力価)に対応する量を水10mLに溶かした液のpHは2.5  
20 ～4.5である。

#### 21 純度試験

22 (1) 溶状 本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」  
23 0.5g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき、液は無色  
24 ～微黄色澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度  
25 測定法(2.24)により試験を行うとき、波長465nmにおける  
26 吸光度は、0.05以下である。

27 (2) 類縁物質 本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸  
28 塩」0.1g(力価)に対応する量を移動相A 10mLに溶かし、試  
29 料溶液とする。以下「バンコマイシン塩酸塩」の純度試験  
30 (2)を準用する。

31 水分(2.48) 5.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定。ただし、  
32 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)  
33 を用いる)。

34 エントキシシン(4.01) 0.25EU/mg(力価)未満。

35 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

36 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

37 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。

38 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、  
39 適合する。

40 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  
41 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

42 (i) 試験菌、培地及び標準溶液は、「バンコマイシン塩酸  
43 塩」の定量法を準用する。

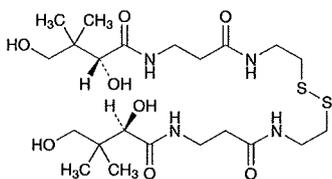
44 (ii) 試料溶液 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密  
45 に量る。表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」約25mg(力  
46 価)に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に25mL  
47 とする。この液適量を正確に量り、pH4.5の0.1mol/Lリン酸  
48 塩緩衝液を加えて1mL中に100 $\mu$ g(力価)及び25 $\mu$ g(力価)を含  
49 む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

50 貯法 容器 密封容器。

1 パンテチン

1 パンテチン

2 Pantethine



4 C<sub>22</sub>H<sub>42</sub>N<sub>4</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub> : 554.72

5 Bis(2-{3-[(2R)-2,4-dihydroxy-3,3-  
6 dimethylbutanoylamino]propanoylamino}ethyl)disulfide  
7 [16816-67-4]

8 本品はパンテチン80%を含む水溶液である。  
9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、パンテチン  
10 (C<sub>22</sub>H<sub>42</sub>N<sub>4</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は無色～微黄色澄明の粘性の液である。  
12 本品は水、メタノール又はエタノール(95)と混和する。  
13 本品は光によって分解する。

14 確認試験

15 (1) 本品0.7gに水酸化ナトリウム試液5mLを加えて振り  
16 混ぜ、硫酸銅(II)試液1～2滴を加えるとき、液は青紫色を呈  
17 する。  
18 (2) 本品0.7gに水3mLを加えて振り混ぜた後、亜鉛粉末  
19 0.1g及び酢酸(100)2mLを加えて2～3分間煮沸する。冷後、  
20 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液1～2滴加え  
21 るとき、液は赤紫色を呈する。  
22 (3) 本品1.0gに水500mLを加えて振り混ぜる。この液  
23 5mLに1mol/L塩酸試液3mLを加え、水浴上で30分間加熱す  
24 る。冷後、塩酸ヒドロキシアニモニウム水酸化ナトリウム  
25 試液溶液(3→140)7mLを加え、5分間放置する。次に2,4-ジ  
26 ニトロフェノール試液3滴を加え、1mol/L塩酸試液を液が無  
27 色となるまで滴加した後、塩化鉄(III)試液1mLを加えるとき、  
28 液は赤紫色を呈する。

29 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +15.0～+18.0°(脱水物に換算した  
30 もの1g, 水, 25mL, 100mm)。

31 純度試験

32 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
34 下)。  
35 (2) ヒ素 (1.11) 本品2.0gをとり、第3法により検液を調  
36 製し、試験を行う(1ppm以下)。  
37 (3) 類縁物質 本品0.6gを水10mLに溶かし、試料溶液と  
38 する。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
39 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
40 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
41 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  
42 製した薄層板にスポットする。次に水飽和2-ブタノンを展  
43 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
44 をヨウ素蒸気中に約10分間放置するとき、試料溶液から得  
45 た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポット  
46 より濃くない。

47 (4)メルカプト化合物 本品1.5gに水20mLを加えて振り  
48 混ぜ、アンモニア試液1滴及びペンタシアノニトロシル鉄  
49 (III)酸ナトリウム試液1～2滴を加えるとき、液は赤色を呈し  
50 ない。

51 水分 (2.48) 18～22%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

52 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(2g)。

53 定量法 本品約0.3gを精密に量り、水を加えて混和し、正確に  
54 20mLとする。この液5mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、  
55 正確に0.05mol/L臭素液25mLを加え、更に水100mLを加え  
56 る。これに薄めた硫酸(1→5)5mLを速やかに加え、直ちに密  
57 栓し、時々振り混ぜ40～50℃で15分間加温する。冷後、ヨ  
58 ウ化カリウム溶液(2→5)5mLを注意して加え、直ちに密栓し  
59 て振り混ぜた後、水100mLを加え、遊離したヨウ素を  
60 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：  
61 デンプン試液2mL)。同様の方法で空試験を行う。

62 0.05mol/L臭素液1mL=5.547mg C<sub>22</sub>H<sub>42</sub>N<sub>4</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>

63 貯法

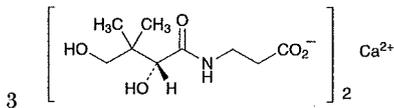
64 保存条件 遮光して、10℃以下で保存する。

65 容器 気密容器。

1 パントテン酸カルシウム

1 パントテン酸カルシウム

2 Calcium Pantothenate



4 C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>CaN<sub>2</sub>O<sub>10</sub> : 476.53

5 Monocalcium bis{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-

6 dimethylbutanoylamino]propanoate}

7 [137-08-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、窒素(N : 14.01)5.7

9 ~6.0%及びカルシウム(Ca : 40.08)8.2~8.6%を含む。

10 性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

11 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)に極めて溶けにく

12 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

13 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.0~9.0である。

14 本品は吸湿性である。

15 確認試験

16 (1) 本品0.05gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし、ろ

17 過する。ろ液に硫酸銅(II)試液1滴を加えるとき、液は濃青

18 色を呈する。

19 (2) 本品0.05gに水酸化ナトリウム試液5mLを加えて1分

20 間煮沸し、冷後、薄めた塩酸(1→10)を加えて液のpHを3~4

21 とし、塩化鉄(III)試液2滴を加えるとき、液は黄色を呈する。

22 (3) 本品の水溶液(1→10)はカルシウム塩の定性反応

23 (1.09)を呈する。

24 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +25.0~+28.5°(乾燥後, 1g, 水,

25 20mL, 100mm)。

26 純度試験

27 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かした液は、無色澄明

28 である。

29 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、

30 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

31 下)。

32 (3) アルカロイド 本品0.05gを水5mLに溶かし、七モリ

33 プデン酸六アンモニウム試液0.5mL及びリン酸溶液(1→

34 10)0.5mLを加えるとき、液は白色の混濁を生じない。

35 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

36 定量法

37 (1) 窒素 本品を乾燥し、その約50mgを精密に量り、窒

38 素定量法 (1.08)により試験を行う。

39 (2) カルシウム 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、

40 水30mLを加え加温して溶かし、冷後、0.05mol/Lエチレン

41 ジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え、

42 更にpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10mL

43 を加えた後、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリ

44 ウムを0.05mol/L塩化マグネシウム液で滴定 (2.50)する(指

45 示薬 : エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬

46 0.04g)。ただし、滴定の終点は液の青紫色が赤紫色に変わる

47 ときとする。同様の方法で空試験を行う。

48 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

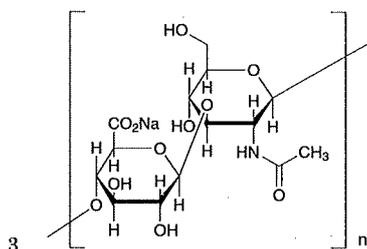
49 1mL

50 =2.004mg Ca

51 貯法 容器 気密容器。

1 精製ヒアルロン酸ナトリウム

2 Purified Sodium Hyaluronate



5 [9067-32-7]

6 本品はニワトリのトサカ又は微生物より得られるD-グル  
7 クロン酸及びN-アセチル-D-グルコサミンの二糖単位か  
8 らなるグリコサミノグリカンのナトリウム塩である。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヒアルロン  
10 酸ナトリウム $(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n$ 90.0~105.5%を含む。

11 本品は平均分子量として50万~120万又は150万~390万  
12 のヒアルロン酸のナトリウム塩からなる。

13 本品は平均分子量を表示する。

14 性状 本品は白色の粉末、粒又は繊維状の塊である。

15 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど  
16 溶けない。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

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

23 (2) 本品の水溶液(1→1000)はナトリウム塩の定性反応(1)  
24 (1.09)を呈する。

25 粘度(2.53) 本品を0.2mol/L塩化ナトリウム試液100mLに溶  
26 かし、液の流下時間が0.2mol/L塩化ナトリウム試液の流下  
27 時間の2.0~2.4倍となる量を精密に量り、0.2mol/L塩化ナト  
28 リウム試液に溶かして正確に100mLとし、試料溶液(1)とす  
29 る。試料溶液(1)16mL、12mL及び8mLずつを正確に量り、  
30 それぞれに0.2mol/L塩化ナトリウム試液を加えて正確に  
31 20mLとし、試料溶液(2)、試料溶液(3)及び試料溶液(4)とす  
32 る。試料溶液(1)、試料溶液(2)、試料溶液(3)及び試料溶液(4)  
33 につき、0.2mol/L塩化ナトリウム試液の流下時間が200~  
34 300秒のウペローデ型粘度計を用いて $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で第1法によ  
35 り試験を行うとき、乾燥物に換算した極限粘度は、10.0~  
36 19.5dL/g又は25.0~55.0dL/gである。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
39 澄明である。

40 (2) 塩化物(1.03) 本品0.20gを水15mLに溶かし、希硝  
41 酸6mLを加えて水浴中で30分間加熱する。冷後、水を加え  
42 て50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
43 0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.124%以下)。

44 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、

45 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以  
46 下)。

47 (4) 残留溶媒 別に規定する。

48 (5) たん白質 本品の乾燥物に換算したものの約20mgを精  
49 密に量り、希水酸化ナトリウム試液1.0mLに溶かし、試料溶  
50 液とする。別にウシ血清アルブミン約10mgを精密に量り、  
51 希水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に1000mLとした液  
52 を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ1.0mLに  
53 アルカリ性銅試液(2)5.0mLを加えて直ちにかき混ぜ、室温  
54 に10分間放置した後、薄めたフォルイン試液(1→2)0.5mLを加  
55 えて直ちにかき混ぜ、室温に30分間放置する。これらの液  
56 につき、希水酸化ナトリウム試液1.0mLを用いて同様に操作  
57 したものを対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
58 試験を行うとき、波長750nmにおける試料溶液の吸光度は、  
59 標準溶液の吸光度より大きくない(0.05%以下)。

60 (6) 核酸 本品0.10gを水50mLに溶かした液につき、水  
61 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
62 うとき、波長260nmにおける吸光度は0.02以下である。

63 (7) その他の酸性ムコ多糖(ニワトリ由来の場合)本品  
64 0.25gを水100mLに溶かし、試料溶液とする。長さ6cmのセル  
65 ロースアセテート膜をあらかじめpH3.0の0.2mol/Lピリジ  
66 ン・ギ酸緩衝液に浸漬する。この膜をとり、ろ紙を用いて余  
67 分な緩衝液を除く。pH3.0の0.2mol/Lピリジン・ギ酸緩衝液  
68 を入れ、その蒸気で飽和させた電気泳動槽にこの膜を装着し、  
69 0.5mA/cmで1分間通電する。その後、陰極から1.5cmの位置  
70 に試料溶液2μLを幅1cmに塗布する。次に0.5mA/cmの条件  
71 で1時間泳動する。泳動後、アルシアンブルー染色液に10~  
72 20分間浸漬して染色する。染色後、薄めた酢酸(100)(3→  
73 100)で十分に脱色するとき、主バンド以外のバンドを認め  
74 ない。

75 (8) 溶血性連鎖球菌(微生物由来の場合)本品0.5gを滅菌  
76 した生理食塩液に溶かし、正確に100mLとする。この液  
77 0.5mLをとり、2枚の血液カンテン培地上に各々コンラージ  
78 棒で塗抹し、37°Cで48時間培養するとき、溶血性コロニー  
79 を認めないか、認めることがあっても、そのコロニーを顕微  
80 鏡観察するとき連鎖球菌を認めない。

81 (9) 溶血性(微生物由来の場合)本品0.40gをとり、滅菌  
82 した生理食塩液に溶かし、正確に100mLとする。この液  
83 0.5mLをとり、1%血液浮遊液0.5mLを加えて混和し、37°C  
84 で2時間静置する。必要ならば毎分3000回転で10分間遠心分  
85 離を行う。このとき、空試験と同様に赤血球が沈殿し、上澄  
86 液は澄明である。ただし、空試験は、滅菌した生理食塩液  
87 0.5mL及び陽性対象として滅菌精製水0.5mLをとり、同様に  
88 操作する。

89 乾燥減量(2.41) 15.0%以下(0.1g、減圧・0.67kPa以下、酸  
90 化リン(V)、60°C、5時間)。

91 微生物限度(4.05) 本品1g当たり、総好気性微生物数の許容  
92 基準は $10^2$ CFU、総真菌数の許容基準は $10^1$ CFUである。

93 平均分子量

94 (1) 表示平均分子量50万~120万の場合

95 本品の平均分子量を次式により求めるとき、50万~120万  
96 である。ただし、 $[\eta]$ は、粘度の項の極限粘度を用いる。

## 2 精製ヒアルロン酸ナトリウム

97 平均分子量 =  $\left(\frac{[\eta] \times 10^5}{36}\right)^{\frac{1}{0.78}}$

98 (2) 表示平均分子量150万~390万の場合

99 本品の平均分子量を次式により求めるとき、150万~390  
100 万である。ただし、 $[\eta]$ は、粘度の項の極限粘度を用いる。

101 平均分子量 =  $\left(\frac{[\eta] \times 10^5}{22.8}\right)^{\frac{1}{0.816}}$

102 定量法 本品約50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
103 50mLとする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
104 20mLとし、試料溶液とする。別にD-グルクロノラクトン  
105 標準品を乾燥(減圧・0.67kPa以下、シリカゲル、24時間)し、  
106 その約20mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとす  
107 る。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、  
108 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ1mLを正  
109 確に量り、あらかじめ氷水中で冷却した四ホウ酸ナトリウ  
110 ム・硫酸試液5.0mLに静かに加え、冷却しながらかき混ぜ、  
111 水浴中で10分間加熱した後、氷水中で冷やす。それぞれに  
112 カルバゾール試液0.2mLを正確に加えてよくかき混ぜ、水浴  
113 中で15分間加熱し、氷水中で室温まで冷却する。これらの  
114 液につき、水1mLを正確に量り、同様に操作したものを対  
115 照にし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
116 波長530nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

117 ヒアルロン酸ナトリウム $[(C_{14}H_{20}NNaO_{11})_n]$ の量(mg)  
118  $= M_S \times A_T / A_S \times 2.279$

119  $M_S$ : D-グルクロノラクトン標準品の秤取量(mg)

### 120 貯法

121 保存条件 遮光して、15℃以下で保存する。

122 容器 気密容器。

1 沈降B型肝炎ワクチン

1 沈降B型肝炎ワクチン

2 Adsorbed Hepatitis B Vaccine

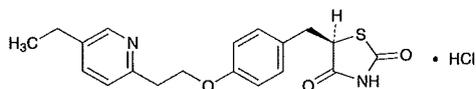
- 3 本品はB型肝炎ウイルスの表面抗原を含む液にアルミニウ  
4 ム塩を加えてB型肝炎ウイルスの表面抗原を不溶性とした液  
5 状の注射剤である。  
6 本品は生物学的製剤基準の沈降B型肝炎ワクチンの条に適  
7 合する。  
8 性状 本品は振り混ぜるとき、均等に白濁する。

1 ピオグリタゾン塩酸塩

1 ピオグリタゾン塩酸塩

2 Pioglitazone Hydrochloride

3 塩酸ピオグリタゾン



4 及び鏡像異性体

5 C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl : 392.90

6 (5*RS*)-5-[4-[2-(5-Ethylpyridin-

7 2-yl)ethoxy]benzyl]thiazolidine-2,4-dione

8 monohydrochloride

9 [112529-15-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピオグリタ  
11 ゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや  
14 溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど  
15 溶けない。

16 本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける。

17 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性  
18 を示さない。

19 確認試験

20 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫  
21 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピオグリタ  
23 ゾン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
24 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
25 様の強度の吸収を認める。

26 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
27 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
28 品の参照スペクトル又はピオグリタゾン塩酸塩標準品のスペ  
29 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  
30 ろに同様の強度の吸収を認める。

31 (3) 本品50mgを硝酸1mLに溶かした後、希硝酸4mLを加  
32 えた液は、塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

33 純度試験

34 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
35 試験を行う。ただし、灰化後、塩酸3mLの代わりに臭化水  
36 素酸3mLを用いる。比較液には鉛標準液1.0mLを加える  
37 (10ppm以下)。

38 (2) 類縁物質 本品20mgをメタノール20mLに溶かし、  
39 移動相を加えて100mLとし、試料溶液とする。この液1mL  
40 を正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標準溶  
41 液とする。試料溶液及び標準溶液40μLずつを正確にとり、  
42 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
43 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  
44 定するとき、試料溶液のピオグリタゾンのピークに対する相  
45 対保持時間約0.7、約1.4及び約3.0のピーク面積は、標準溶  
46 液のピオグリタゾンのピーク面積の2/5より大きくなく、  
47 試料溶液のピオグリタゾン及び上記のピーク以外のピークの  
48 面積は、標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積の1/5よ

49 り小さい。また、試料溶液のピオグリタゾン以外のピークの  
50 合計面積は、標準溶液のピオグリタゾンのピーク面積より大  
51 きくない。

52 試験条件

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

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からピオグリタゾンの  
56 保持時間の約4倍の範囲

57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
59 えて正確に10mLとする。この液40μLから得たピオ  
60 グリタゾンのピーク面積が、標準溶液のピオグリタ  
61 ゾンのピーク面積の7~13%になることを確認する。

62 システムの性能：本品50mgをベンゾフェノンのメタノ  
63 ール溶液(1→750)10mLに溶かし、メタノールを加  
64 えて100mLとする。この液1mLをとり、移動相を加  
65 えて20mLとする。この液40μLにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、ピオグリタゾン、ベンゾフェノンの順  
67 に溶出し、その分離度は10以上である。

68 システムの再現性：標準溶液40μLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、ピオグリタゾンのピーク  
70 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

71 (3) 残留溶媒 別に規定する。

72 水分(2.48) 0.2%以下(0.5g, 電量滴定法)。

73 ただし、陽極液は水分測定用陽極液Aを用いる。

74 強熱残渣(2.44) 0.1%以下(1g)。

75 定量法 本品及びピオグリタゾン塩酸塩標準品(別途本品と同  
76 様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約50mgずつを精密  
77 に量り、それぞれに内標準溶液10mLずつを正確に加えて溶  
78 かしした後、メタノールを加えて100mLとする。これらの液  
79 2mLずつをとり、それぞれに移動相を加えて20mLとし、試  
80 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLに  
81 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
82 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するピオグリタゾ  
83 ンのピーク面積の比*Q<sub>T</sub>*及び*Q<sub>S</sub>*を求める。

84 ピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)の量(mg)

85 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

86 *M<sub>S</sub>*: 脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤  
87 取量(mg)

88 内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→750)

89 試験条件

90 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

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

94 カラム温度：25℃付近の一定温度

95 移動相：酢酸アンモニウム溶液(77→10000)/アセトニ  
96 トリル/酢酸(100)混液(25：25：1)

97 流量：ピオグリタゾンの保持時間が約7分になるように  
98 調整する。

99 システム適合性

100 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で

## 2 ピオグリタゾン塩酸塩

- 101 操作するとき、ピオグリタゾン、内標準物質の順に溶  
102 出し、その分離度は10以上である。  
103 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
104 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
105 に対するピオグリタゾンのピーク面積の比の相対標準  
106 偏差は1.0%以下である。  
107 貯法 容器 密閉容器。

1 ピオグリタゾン塩酸塩錠

1 ピオグリタゾン塩酸塩錠

2 Pioglitazone Hydrochloride Tablets

3 塩酸ピオグリタゾン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 ピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl : 392.90)を含む。  
6 製法 本品は「ピオグリタゾン塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ピオグリタゾン塩  
9 酸塩」2.8mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液  
10 100mLを加えて振り混ぜた後、孔径0.45µm以下のメンブレ  
11 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  
12 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長267~  
13 271nmに吸収の極大を示す。

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

16 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液10mLを加えて崩壊さ  
17 せ、メタノール70mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、  
18 メタノールを加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上  
19 澄液V mLを正確に量り、1mL中にピオグリタゾン塩酸塩  
20 (C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)約26µgを含む液となるようにメタノ  
21 ール/0.1mol/L塩酸試液混液(9 : 1)を加え、正確にV' mLと  
22 し、試料溶液とする。別にピオグリタゾン塩酸塩標準品(別  
23 途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分(2.48)を  
24 測定しておく)約33mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液  
25 10mL及びメタノールに溶かし、正確に100mLとする。この  
26 液4mLを正確に量り、メタノール/0.1mol/L塩酸試液混液  
27 (9 : 1)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶  
28 液及び標準溶液につき、メタノール/0.1mol/L塩酸試液混  
29 液(9 : 1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
30 試験を行い、波長269nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
31 る。

32 ピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)の量(mg)

33 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 2 / 25$$

34 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤  
35 取量(mg)

36 溶出性(6.10) 試験液に0.2mol/L塩酸試液50mLに塩化カリウ  
37 ム溶液(3→20)150mL及び水を加えて1000mLとし、5mol/L  
38 塩酸試液を加えてpH2.0に調整した液900mLを用い、パド  
39 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間  
40 の溶出率は80%以上である。

41 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
42 10mLをとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルターで  
43 ろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液V mLを正確に  
44 量り、表示量に従い1mL中にピオグリタゾン塩酸塩  
45 (C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)約18µgを含む液となるように、試験液  
46 を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にピオグ  
47 リタゾン塩酸塩標準品(別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同  
48 様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約23mgを精密に量  
49 り、メタノール10mLに溶かし、試験液を加えて正確に  
50 50mLとする。この液2mLを正確に量り、試験液を加えて正  
51 確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液に

52 つき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
53 より試験を行い、波長269nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
54 定する。

55 ピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)の表示量に対す  
56 る溶出率(%)

57 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72$$

58 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤  
59 取量(mg)

60 C: 1錠中のピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)の  
61 表示量(mg)

62 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
63 とする。ピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)約25mg  
64 に対応する量を精密に量り、メタノール45mLを加え、内標  
65 準溶液5mLを正確に加え、超音波処理して分散させた後、  
66 遠心分離する。上澄液2mLをとり、移動相を加えて20mLと  
67 し、試料溶液とする。別にピオグリタゾン塩酸塩標準品(別  
68 途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分(2.48)を  
69 測定しておく)約25mgを精密に量り、メタノール45mLに溶  
70 かしした後、内標準溶液5mLを正確に加える。この液2mLを  
71 量り、移動相を加えて20mLとし、標準溶液とする。試料溶  
72 液及び標準溶液20µLにつき、次の条件で液体クロマトグラ  
73 フィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積  
74 に対するピオグリタゾンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め  
75 る。

76 ピオグリタゾン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)の量(mg)

77 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

78 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤  
79 取量(mg)

80 内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→750)

81 試験条件

82 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 269nm)

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

86 カラム温度: 25℃付近の一定温度

87 移動相: 酢酸アンモニウム溶液(77→10000)/アセトニ  
88 トリル/酢酸(100)混液(25 : 25 : 1)

89 流量: ピオグリタゾンの保持時間が約7分になるように  
90 調整する。

91 システム適合性

92 システムの性能: 標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、ピオグリタゾン、内標準物質の順に溶  
94 出し、その分離度は10以上である。

95 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
97 に対するピオグリタゾンのピーク面積の比の相対標準  
98 偏差は1.0%以下である。

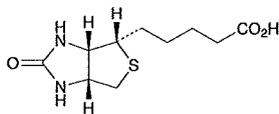
99 貯法 容器 気密容器。

1 ビオチン

1 ビオチン

2 Biotin

3 ビタミンH



4

5  $C_{10}H_{16}N_2O_3S$  : 244.31

6 5-[(3a*S*,4*S*,6a*R*)-2-Oxohexahydro-1*H*-

7 thieno[3,4-*c*]imidazol-4-yl]pentanoic acid

8 [58-85-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ビオチン  
10 ( $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ )98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

13 本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 融点：約231°C(分解)。

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

19 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +89~+93°(乾燥後, 0.4g, 希水酸  
20 化ナトリウム試液, 20mL, 100mm)。

21 純度試験

22 (1) 溶状 本品1.0gを0.5mol/L水酸化ナトリウム試液  
23 10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

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

27 (3) ヒ素 (1.11) 本品0.7gをケルダールフラスコにとり、  
28 硝酸5mL及び硫酸2mLを加え、フラスコの口に小漏斗をの  
29 せ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸  
30 2mLずつを2回加えて加熱し、更に過酸化水素(30)2mLずつ  
31 を数回加えて液が無色~微黄色となるまで加熱する。冷後、  
32 シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え、再び白煙が発  
33 生するまで加熱濃縮する。冷後、水を加えて5mLとし、こ  
34 れを検液とし、試験を行う(2.8ppm以下)。

35 (4) 類縁物質 本品0.10gを薄めたアンモニア水(28)(7→  
36 100)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
37 量り、薄めたアンモニア水(28)(7→100)を加えて正確に  
38 100mLとする。この液10mLを正確に量り、薄めたアンモニ  
39 ア水(28)(7→100)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とす  
40 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) に  
41 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  
42 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  
43 ットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(5 : 2 :  
44 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾し、  
45 更に105°Cで30分間乾燥する。これに4-ジメチルアミノシ  
46 ンナムアルデヒドのエタノール(99.5)溶液(1→500)/硫酸の  
47 エタノール(99.5)溶液(1→50)混液(1 : 1)を均等に噴霧すると  
48 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

49 液から得たスポットより濃くない。

50 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g, 105°C, 4時間)。

51 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、0.1mol/L

53 水酸化ナトリウム液20mLを正確に加えて溶かし、過量の水

54 酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定 (2.50) する(指示薬：

55 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。

56 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=24.43mg  $C_{10}H_{16}N_2O_3S$

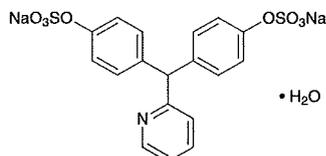
57 貯法 容器 気密容器。

1 ピコスルファートナトリウム水和物

1 ピコスルファートナトリウム水和物

2 Sodium Picosulfate Hydrate

3 ピコスルファートナトリウム



5  $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$  : 499.42

6 Disodium 4,4'-(pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl sulfate)

7 monohydrate

8 [10040-45-6, 無水物]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$  : 481.41)98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

13 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)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品は光により徐々に着色する。

17 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは7.4~9.4である。

18 確認試験

19 (1) 本品5mgに1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン0.01gを加えて混合し、5~6秒間穏やかに加熱して融解する。冷後、水酸化カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

23 (2) 本品0.2gに希塩酸5mLを加え、5分間煮沸し、冷後、塩化バリウム試液1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

25 (3) 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。

29 (4) 本品を105℃、減圧で4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。

34 (5) 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。

36 吸光度(2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$ (263nm) : 120~130(脱水物換算, 4mg, 水, 100mL)。

38 純度試験

39 (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。

41 (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0.40mLを加える(0.028%以下)。

43 (3) 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0.35mLを加える(0.042%以下)。

45 (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)。

48 (5) 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)。

50 (6) 類縁物質 本品0.25gをメタノール5mLに溶かし、試験溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に500mL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。試験溶液及び標準溶液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/水/酢酸(100)混液(74 : 20 : 19)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、試験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。

61 水分(2.48) 3.0~4.5%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

62 定量法 本品約0.4gを精密に量り、メタノール50mLに溶かし、酢酸(100)7mL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。

65 0.1mol/L過塩素酸1mL=48.14mg  $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$

66 貯法

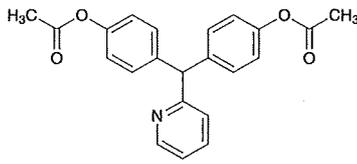
67 保存条件 遮光して保存する。

68 容器 気密容器。

1 ビサコジル

1 ビサコジル

2 Bisacodyl



3

4 C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub> : 361.39

5 4,4'-(Pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl acetate)

6 [603-50-9]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ビスコジル  
8 (C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>)98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品は酢酸(100)に溶けやすく、アセトンにやや溶けやす  
11 く、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく、水  
12 にほとんど溶けない。

13 本品は希塩酸に溶ける。

14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(95)溶液(3→100000)につき、紫外  
16 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを又はビスコジル  
18 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較す  
19 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
20 の吸収を認める。

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

26 融点(2.60) 132~136°C

27 純度試験

28 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gをアセトン30mLに溶かし、  
29 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
30 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.35mLにアセトン  
31 30mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.012%以  
32 下)。

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gを希塩酸2mLに溶かし、水  
34 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
35 液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸2mL及び水を加えて  
36 50mLとする(0.017%以下)。

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

40 (4) 類縁物質 本品0.20gをアセトン10mLに溶かし、試  
41 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
42 て正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
43 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
44 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  
45 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。  
46 次に2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液(1:1:1)を  
47 展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。こ

48 れに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得  
49 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  
50 より濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
54 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
55 (指示薬:p-ナフトールベンゼイン試液0.5mL)。ただし、  
56 滴定の終点は液のだいたい黄色が緑色になるときとする。  
57 同様の方法で空試験を行い、補正する。

58 0.1mol/L過塩素酸1mL=36.14mg C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>

59 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ビサコジル坐剤

## 1 ビサコジル坐剤

### 2 Bisacodyl Suppositories

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 ビサコジル(C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>; 361.39)を含む。

5 製法 本品は「ビサコジル」をとり、坐剤の製法により製する。  
6 確認試験

7 (1) 本品の表示量に従い「ビサコジル」6mgに対応する量  
8 をとり、エタノール(95)20mLを加え、水浴上で10分間加温  
9 した後、10分間激しく振り混ぜ、更に氷水中で1時間放置す  
10 る。次に遠心分離し、その上澄液を更にろ過し、そのろ液  
11 2mLにエタノール(95)を加えて20mLとする。この液につき、  
12 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
13 するとき、波長261～265nmに吸収の極大を示す。

14 (2) (1)のろ液を試料溶液とする。別にビサコジル標準品  
15 6mgをエタノール(95)20mLに溶かし、標準溶液とする。こ  
16 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
17 験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマト  
18 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  
19 板にスポットする。次に2-ブタノン/クロロホルム/キシ  
20 レン混液(1:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
21 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射すると  
22 き、試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等し  
23 い。

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

26 本品1個をとり、1mL中にビサコジル(C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>)約  
27 0.2mgを含む液となるようにテトラヒドロフランを加え、  
28 40℃に加温し、振り混ぜて溶かす。冷後、1mL中にビサコ  
29 ジル(C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>)約10μgを含む液となるように、更にテトラ  
30 ヒドロフランを加えて正確にV mLとする。この液5mLを正  
31 確に量り、以下定量法を準用する。

32 ビサコジル(C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>)の量(mg)  
33  $= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

34 M<sub>S</sub>: ビサコジル標準品の秤取量(mg)

35 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル  
36 溶液(3→100000)

37 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、注意  
38 して細片とし、均一に混和する。ビサコジル(C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>)約  
39 10mgに対応する量を精密に量り、テトラヒドロフラン  
40 40mLを加え、40℃に加温し、振り混ぜて溶かし、冷後、更  
41 にテトラヒドロフランを加えて正確に50mLとする。この液  
42 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、更に移  
43 動相を加えて100mLとする。この液を30分間氷冷した後、  
44 遠心分離し、上澄液を孔径0.5μmのメンブランフィルターで  
45 ろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とす  
46 る。別にビサコジル標準品を105℃で2時間乾燥し、その約  
47 10mgを精密に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に  
48 50mLとする。この液5mLを正確に量り、試料溶液と同様に  
49 操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLにつ  
50 き、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
51 を行い、内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピー

52 ク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

53 ビサコジル(C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

54 M<sub>S</sub>: ビサコジル標準品の秤取量(mg)

55 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル  
56 溶液(3→100000)

57 試験条件

58 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

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

62 カラム温度: 25℃付近の一定温度

63 移動相: 0.01mol/Lクエン酸試液/アセトニトリル/メ  
64 タノール混液(2:1:1)

65 流量: ビサコジルの保持時間が約8分になるように調整  
66 する。

67 システム適合性

68 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
69 操作するとき、内標準物質、ビサコジルの順に溶出し、  
70 その分離度は2.0以上である。

71 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
72 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
73 に対するビサコジルのピーク面積の比の相対標準偏差  
74 は1.0%以下である。

75 貯法 容器 気密容器。

1 乾燥 BCG ワクチン

1 乾燥 BCG ワクチン

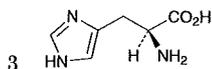
2 Freeze-dried BCG Vaccine (for Percutaneous Use)

- 3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。
- 4 本品は生きたカルメット・ゲラン菌を含む。
- 5 本品は生物学的製剤基準の乾燥BCGワクチンの条に適合
- 6 する。
- 7 性状 本品は溶剤を加えるとき、白色～淡黄色の混濁した液と
- 8 なる。

# 1 L-ヒスチジン

## 1 L-ヒスチジン

2 L-Histidine



4  $C_6H_9N_3O_2$  : 155.15

5 (2S)-2-Amino-3-(1H-imidazol-4-yl)propanoic acid

6 [71-00-1]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、L-ヒスチ  
8 ジン( $C_6H_9N_3O_2$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味はわずかに苦  
10 い。

11 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

12 本品は6mol/L塩酸試液に溶ける。

13 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
14 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
15 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
16 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これ  
17 らのスペクトルに差を認めるときは、本品を少量の水に溶か  
18 し、60℃、減圧で水を蒸発し、残留物を乾燥したものに  
19 つき、同様の試験を行う。

20 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +11.8~+12.8°(乾燥物に換算した  
21 もの5.5g, 6mol/L塩酸試液, 50mL, 100mm)。

22 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは7.0~  
23 8.5である。

24 純度試験

25 (1) 溶状 本品0.40gを水20mLに溶かすとき、液は無色  
26 澄明である。

27 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
28 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

29 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
30 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

33 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gに水30mLを加え、加温して  
34 溶かす。この液に希塩酸2.4mL、希酢酸2mL及び水を加え  
35 て50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛  
36 標準液1.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする  
37 (10ppm以下)。

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

41 (7) 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液  
42 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mL  
43 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
44 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
45 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
46 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  
47 製した薄層板にスポットする。次に1-プロパノール/アン  
48 モニア水(28)混液(67:33)を展開溶媒として約10cm展開し

50 た後、薄層板を80℃で30分間乾燥する。これにニンヒドリ  
51 ンのメタノール/酢酸(100)混液(97:3)溶液(1→100)を均等  
52 に噴霧した後、80℃で10分間加熱するとき、試料溶液から  
53 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  
54 トより濃くない。

55 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(1g, 105℃, 3時間)。

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品約0.15gを精密に量り、ギ酸2mLに溶かし、酢酸  
58 (100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電  
59 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

60 0.1mol/L過塩素酸1mL=15.52mg  $C_6H_9N_3O_2$

61 貯法 容器 気密容器。

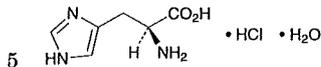
1 L-ヒスチジン塩酸塩水和物

1 L-ヒスチジン塩酸塩水和物

2 L-Histidine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸L-ヒスチジン

4 L-塩酸ヒスチジン



6  $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$  : 209.63

7 (2S)-2-Amino-3-(1H-imidazol-4-yl)propanoic acid

8 monohydrochloride monohydrate

9 [5934-29-2]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、L-ヒスチ  
11 ジン塩酸塩( $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl$  : 191.62)99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は初め酸味が  
13 あり、後にわずかに苦い。

14 本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール(99.5)にほと  
15 んど溶けない。

16 本品は6mol/L塩酸試液に溶ける。

17 確認試験

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

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

24 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +9.2~+10.6°(脱水物に換算したも  
25 の5.5g, 6mol/L塩酸試液, 50mL, 100mm)。

26 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5~  
27 4.5である。

28 純度試験

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

31 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
32 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

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

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

41 (6) 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液  
42 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mL  
43 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
44 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
45 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
46 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
47 製した薄層板にスポットする。次に1-プロパノール/アン  
48 モニア水(28)混液(67 : 33)を展開溶媒として約10cm展開し  
49 た後、薄層板を80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリ

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

54 水分(2.48) 7.2~10.0%(0.12g, 容量滴定法、直接滴定。た  
55 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  
56 ル/水分測定用ホルムアミド混液(2 : 1)を用いる)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品約0.1gを精密に量り、ギ酸3mLに溶かし、  
59 0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え、水浴上で30分間加熱  
60 する。冷後、酢酸(100)45mLを加え、過量の過塩素酸を  
61 0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。  
62 同様の方法で空試験を行う。

63 0.1mol/L過塩素酸1mL=9.581mg  $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl$

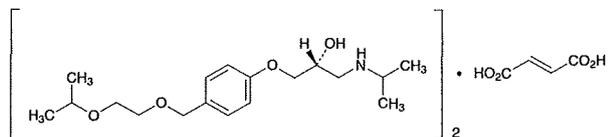
64 貯法 容器 気密容器。

1 ビソプロロール fumarate

1 ビソプロロール fumarate

2 Bisoprolol Fumarate

3 fumarate bisoprolol



4 及び鏡像異性体

5 2C<sub>18</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>4</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> : 766.96

6 (2*RS*)-1-(4-{[2-(1-

7 Methylethoxy)ethoxy]methyl}phenoxy)-

8 3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol hemifumarate

9 [104344-23-2]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ビスプロロールフマ  
11 ル酸塩[(C<sub>18</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>]98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 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  
14 (99.5)又は酢酸(100)に溶けやすい。

15 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視  
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
19 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
20 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
21 る。

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

26 融点(2.60) 101~105℃

27 純度試験

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

31 (2) 類縁物質 本品50mgを水/アセトニトリル混液(4 :  
32 1)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
33 量り、水/アセトニトリル混液(4 : 1)を加えて正確に  
34 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
35 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
36 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
37 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のビスプロ  
38 ロール以外のピークの面積は、標準溶液のビスプロロールのピ  
39 ーク面積の1/2より大きくない。また、試料溶液のビスプ  
40 ロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のビスプロ  
41 ロールのピーク面積より大きくない。

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光度計(測定波長：225nm)

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

47 カラム温度：40℃付近の一定温度

48 移動相：リン酸二水素カリウム4.08gを水1000mLに溶  
49 かし、リン酸を加えてpH2.5に調整する。この液  
50 800mLにアセトニトリル200mLを加える。

51 流量：ビスプロロールの保持時間が約8分になるように  
52 調整する。

53 面積測定範囲：fumarateのピークの後からビスプロロー  
54 ルの保持時間の約2倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水/アセト  
57 ニトリル混液(4 : 1)を加えて正確に20mLとする。こ  
58 の液20μLから得たビスプロロールのピーク面積が、  
59 標準溶液のビスプロロールのピーク面積の7~13%に  
60 なることを確認する。

61 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
62 操作するとき、ビスプロロールのピークの理論段数及  
63 びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以  
64 下である。

65 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、ビスプロロールのピーク  
67 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

68 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、80℃、  
69 5時間)。

70 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

71 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸  
72 (100)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
73 (指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定  
74 の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。  
75 同様の方法で空試験を行い、補正する。

76 0.1mol/L過塩素酸1mL=38.35mg(C<sub>18</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>

77 貯法 容器 気密容器。

## 1 ビソプロロール fumarate 錠

2 Bisoprolol Fumarate Tablets

3 fumarate bisoprolol tablets

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 ビソプロロール fumarate 錠 $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 : 766.96]$   
6 を含む。

7 製法 本品は「ビソプロロール fumarate 錠」をとり、錠剤の製  
8 法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ビソプロロール  
10 fumarate 錠」10mgに対応する量を取り、メタノール60mLを  
11 加え、10分間激しく振り混ぜた後、メタノールを加えて  
12 100mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ  
13 過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
14 吸収スペクトルを測定するとき、波長271～275nmに吸収の  
15 極大を示す。

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

18 本品1個をとり、水8mLを加え、振り混ぜて崩壊させた後、  
19 水を加えて正確に10mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメン  
20 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  
21 液V mLを正確に量り、1mL中にビソプロロール fumarate  
22  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4]$ 約0.1mgを含む液となるように水を  
23 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
24 fumarate bisoprololを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で  
25 5時間減圧乾燥し、その約20mgを精密に量り、水に溶かし、  
26 正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
27 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
28 波長271.5nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

29 ビソプロロール fumarate  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4]$ の量  
30 (mg)

$$31 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 20$$

32 M<sub>S</sub>: 定量用 fumarate bisoprololの秤取量(mg)

33 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
34 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間  
35 の溶出率は85%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィル  
38 ターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中にビソプロロール fumarate  
40  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4]$ 約2.8 $\mu$ gを含む液となるように  
41 試験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に  
42 定量用 fumarate bisoprololを酸化リン(V)を乾燥剤とし  
43 て80℃で5時間減圧乾燥し、その約14mgを精密に量り、試  
44 験液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に  
45 量り、試験液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
46 試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
47 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
48 れの液のビソプロロールのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

49 ビソプロロール fumarate  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4]$ の表示量  
50 に対する溶出率(%)

$$51 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

52 M<sub>S</sub>: 定量用 fumarate bisoprololの秤取量(mg)

53 C: 1錠中のビソプロロール fumarate  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot$   
54  $C_4H_4O_4]$ の表示量(mg)

55 試験条件

56 検出器、カラム、カラム温度及び流量は定量法の試験条  
57 件を準用する。

58 移動相: リン酸二水素カリウム4.08gを水1000mLに溶  
59 かし、リン酸を加え、pH2.5に調整する。この液  
60 750mLにアセトニトリル250mLを加える。

61 システム適合性

62 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
63 操作するとき、ビソプロロールのピークの理論段数及  
64 びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以  
65 下である。

66 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
67 で試験を6回繰り返すとき、ビソプロロールのピーク  
68 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

69 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
70 とする。ビソプロロール fumarate  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4]$   
71 約20mgに対応する量を精密に量り、水/アセトニトリル混  
72 液(3:1)70mL及び内標準溶液10mLを正確に加え、10分間  
73 激しく振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液(3:1)を加え  
74 て100mLとする。この液を孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフ  
75 イルターでろ過し、初めのろ液3mLを除き、次のろ液を試  
76 料溶液とする。別に定量用 fumarate bisoprololを酸化リン(V)  
77 を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥し、その約20mg  
78 を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、水/アセト  
79 ニトリル混液(3:1)に溶かし、100mLとし、標準溶液とす  
80 る。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体ク  
81 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質の  
82 ピーク面積に対するビソプロロールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及  
83 びQ<sub>S</sub>を求める。

84 ビソプロロール fumarate  $[(C_{18}H_{31}NO_4)_2 \cdot C_4H_4O_4]$ の量  
85 (mg)

$$86 = M_S \times Q_T / Q_S$$

87 M<sub>S</sub>: 定量用 fumarate bisoprololの秤取量(mg)

88 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの水/アセ  
89 トニトリル混液(3:1)溶液(1→250)

90 試験条件

91 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 225nm)

92 カラム: 内径 4.6mm、長さ15cmのステンレス管に  
93 5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化  
94 シリカゲルを充てんする。

95 カラム温度: 40℃付近の一定温度

96 移動相: リン酸二水素カリウム4.08gを水1000mLに溶  
97 かし、リン酸を加えてpH2.5に調整する。この液  
98 800mLにアセトニトリル200mLを加える。

99 流量: ビソプロロールの保持時間が約8分になるように  
100 調整する。

101 システム適合性

## 2 ビソプロロールフマル酸塩錠

- 102 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
103 操作するとき、フマル酸、ビソプロロール、内標準物  
104 質の順に溶出し、ビソプロロールと内標準物質の分離  
105 度は12以上である。
- 106 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
107 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
108 に対するビソプロロールのピーク面積の比の相対標準  
109 偏差は1.0%以下である。
- 110 貯法 容器 気密容器。

## 1 ビタミンA油

### 1 ビタミンA油

#### 2 Vitamin A Oil

3 本品は合成のエステル型ビタミンAに植物油を加えて希釈  
4 したものである。

5 本品は1gにつきビタミンA 30000単位以上を含む。

6 本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。

7 本品は定量するとき表示単位の90.0~120.0%を含む。

8 性状 本品は黄色~黄褐色の澄明又はわずかに混濁した油液で、  
9 においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

10 本品は空気又は光によって分解する。

11 確認試験 本品、レチノール酢酸エステル標準品及びレチノー  
12 ルパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ15000単位に相当  
13 する量を取り、それぞれを石油エーテル5mLに溶かし、試  
14 料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。これらの液に  
15 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
16 試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5 $\mu$ Lずつを薄層クロ  
17 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  
18 ットする。次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液  
19 (12:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
20 する。これに塩化アンチモン(III)試液を均等に噴霧するとき、  
21 試料溶液から得た主スポットは、標準溶液(1)又は標準溶液  
22 (2)から得た青色のスポットと色調及び $R_f$ 値が等しい。

#### 23 純度試験

24 (1) 酸 本品1.2gに中和エタノール/ジエチルエーテル混  
25 液(1:1)30mLを加え、還流冷却器を付け、10分間穏やかに  
26 煮沸して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液5滴及び  
27 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.60mLを加えるとき、液は赤  
28 色である。

29 (2) 変敗 本品を加温するとき、不快な敗油性のにおいを  
30 発しない。

31 定量法 ビタミンA定量法 (2.55) の第1法-1により試験を行  
32 う。

#### 33 貯法

34 保存条件 遮光した容器にほとんど全満するか、又は空気を  
35 「窒素」で置換して保存する。

36 容器 気密容器。

## 1 ビタミンA油カプセル

### 1 ビタミンA油カプセル

2 Vitamin A Oil Capsules

3 ビタミンAカプセル

4 本品は定量するとき、表示されたビタミンA単位の90.0～

5 130.0%を含む。

6 製法 本品は「ビタミンA油」をとり、カプセル剤の製法によ

7 り製する。

8 性状 本品の内容物を取り出し、試験するとき、「ビタミンA

9 油」の性状に適合する。

10 確認試験 本品の内容物を取り出し、「ビタミンA油」の確認

11 試験を準用する。

12 定量法 本品20個をとり、その質量を精密に量り、カプセル

13 を切り開き、内容物を取り出し、カプセルを少量のジエチル

14 エーテルでよく洗い、室温で放置してジエチルエーテルを除

15 いた後、質量を精密に量る。カプセル内容物につき、ビタミ

16 ンA定量法 (2.55) により試験を行い、本品1カプセル中のビ

17 タミンA単位を求める。ただし、第1法-1を適用する場合、

18 レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステ

19 ルのうち、いずれのエステル型ビタミンAであるか確認して

20 おく。

21 貯法

22 保存条件 遮光して保存する。

23 容器 密閉容器。

# 1 複方ビタミンB散

## 1 複方ビタミンB散

### 2 Compound Vitamin B Powder

#### 3 製法

チアミン硝化物	10g
リボフラビン	10g
ピリドキシン塩酸塩	10g
ニコチン酸アミド	100g
デンプン、乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

4 以上をとり、散剤の製法により製する。

5 性状 本品はだいたい黄色で、味はわずかに苦い。

6 本品は光によって徐々に変化する。

#### 7 確認試験

8 (1) 本品2gに水100mLを加えて振り混ぜてろ過する。ろ  
9 液5mLに水酸化ナトリウム試液2.5mL及びヘキサシアノ鉄  
10 (Ⅲ)酸カリウム試液0.5mLを加え、次に2-メチル-1-プロ  
11 パノール5mLを加え、2分間激しく振り混ぜて放置し、紫外  
12 線下で観察するとき、2-メチル-1-プロパノール層は青  
13 紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にするととき、消え、ア  
14 ルカリ性に戻すとき、再び現れる(チアミン)。

15 (2) 本品0.1gに水100mLを加えて振り混ぜてろ過し、ろ  
16 液につき、次の試験を行う(リボフラビン)。

17 (i) ろ液は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する。この液  
18 5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02gを加えるとき、液の色  
19 及び蛍光は消えるが、空气中で振り混ぜるとき、徐々に再び  
20 現れる。また、液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液  
21 を滴加するとき、消える。

22 (ii) ろ液10mLを共栓試験管にとり、水酸化ナトリウム試  
23 液1mLを加え、20~40℃で、10~30ワットの蛍光灯を  
24 20cmの距離から30分間照射した後、酢酸(31)0.5mLを加え  
25 て酸性とし、クロロホルム5mLを加え、よく振り混ぜると  
26 き、クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する。

27 (3) 本品1gに薄めたエタノール(7→10)100mLを加えて振  
28 り混ぜてろ過する。ろ液5mLに水酸化ナトリウム試液2mL  
29 及び二酸化マンガン40mgを加え、水浴上で30分間加熱し、  
30 冷後、ろ過し、ろ液1mLに2-プロパノール5mLを加えて試  
31 料溶液とする。この液3mLにバルビタール緩衝液2mL、2-  
32 プロパノール4mL及び新たに製した2,6-ジプロモ-N-ク  
33 ロロ-1,4-ベンゾキノモノイミンのエタノール(95)溶液  
34 (1→4000)2mLを加えるとき、液は青色を呈する。また、試  
35 料溶液1mLにホウ酸飽和溶液1mLを加えた後、同様の操作  
36 を行うとき、液は青色を呈しない(ピリドキシン)。

37 (4) 本品0.5gをとり、エタノール(95)10mLを加え、よく  
38 振り混ぜてろ過する。ろ液1mLを水浴上で蒸発乾固する。  
39 残留物に1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン0.01gを加え、5  
40 ~6秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・  
41 エタノール試液4mLを加えるとき、液は赤色を呈する(ニコ  
42 チン酸アミド)。

43 (5) 本品1gに薄めたエタノール(7→10)5mLを加え、振り  
44 混ぜてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に硝酸チアミン、  
45 リボフラビン、塩酸ピリドキシン及びニコチン酸アミド  
46 0.01gずつをそれぞれ水1mL、50mL、1mL及び1mLに溶か

47 し、標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)  
48 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
49 (2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶  
50 液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)2μLずつを薄層クロマト  
51 グラフィー用シリカゲル(混合蛍光剤入り)を用いて調製した  
52 薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール(95)  
53 /酢酸(100)混液(100:50:1)を展開溶媒として約10cm展開  
54 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(広域波長)を照射  
55 するとき、試料溶液から得た4個のスポットは、標準溶液(1)、  
56 標準溶液(2)、標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たそれぞ  
57 のスポットと色調及びR<sub>F</sub>値が等しい。

#### 58 貯法

59 保存条件 遮光して保存する。

60 容器 密閉容器。

## 1 人全血液

### 1 人全血液

#### 2 Whole Human Blood

3 本品はヒト血液に血液保存液を混合して保存した液状の注  
4 射剤である。

5 本品は生物学的製剤基準の人全血液の条に適合する。

6 性状 本品は濃赤色の液で、静置するとき、赤血球の沈層と黄  
7 色の液層とに分かれ、主として白血球からなる灰色の層が沈  
8 層の表面に見られることがある。液層は、脂肪により混濁す  
9 ることがあり、また、ヘモグロビンによる弱い着色を認める  
10 ことがある。

## 1 人免疫グロブリン

### 1 人免疫グロブリン

#### 2 Human Normal Immunoglobulin

3 本品はヒトの血清グロブリン中の免疫グロブリンGを含む

4 液状の注射剤である。

5 本品は生物学的製剤基準の人免疫グロブリンの条に適合す

6 る。

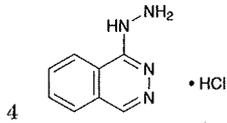
7 性状 本品は無色～黄褐色澄明の液である。

1 ヒドララジン塩酸塩

1 ヒドララジン塩酸塩

2 Hydralazine Hydrochloride

3 塩酸ヒドララジン



5  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$  : 196.64

6 Phthalazin-1-ylhydrazine monohydrochloride

7 [304-20-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドララジン塩酸塩

9 ( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

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

13 融点：約275°C(分解)。

14 確認試験

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

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

23 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応 (1.09) を呈  
24 する。

25 pH (2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.5～  
26 4.5である。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色～  
29 微黄色澄明である。

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

33 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 8時  
34 間)。

35 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

36 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、共栓フラ  
37 スコに入れ、水25mLに溶かし、塩酸25mLを加えて室温に  
38 冷却する。これにクロロホルム5mLを加え、振り混ぜなが  
39 ら、0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色  
40 が消えるまで滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点はクロ  
41 ロホルム層が脱色した後、5分以内に再び赤紫色が現れない  
42 ときとする。

43 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

44 =9.832mg  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$

45 貯法 容器 気密容器。

1 ヒドララジン塩酸塩散

1 ヒドララジン塩酸塩散

2 Hydralazine Hydrochloride Powder

3 塩酸ヒドララジン散

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

5 ヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ ; 196.64)を含む。

6 製法 本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり、顆粒剤又は散剤  
7 の製法により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25mg  
9 に対応する量を取り、水100mLを加え、よく振り混ぜ、必  
10 要ならばろ過する。ろ液2mLに水を加えて50mLとする。こ  
11 の液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
12 クトルを測定するとき、波長238～242nm, 258～262nm,  
13 301～305nm及び313～317nmに吸収の極大を示す。

14 定量法 本品のヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )約0.15gに  
15 対応する量を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水25mLを  
16 加えてよく振り混ぜ、更に塩酸25mLを加えて室温に冷却し、  
17 以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する。

18 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

19 =9.832mg  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$

20 貯法 容器 気密容器。

# 1 ヒドララジン塩酸塩錠

## 1 ヒドララジン塩酸塩錠

2 Hydralazine Hydrochloride Tablets

3 塩酸ヒドララジン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 ヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ ; 196.64)を含む。

6 製法 本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ヒドララジン塩酸  
9 塩」25mgに対応する量をとり、水100mLを加え、よく振り  
10 混ぜ、必要ならばろ過する。ろ液2mLに水を加えて50mLと  
11 する。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
12 吸収スペクトルを測定するとき、波長238～242nm, 258～  
13 262nm, 301～305nm及び313～317nmに吸収の極大を示す。  
14 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと  
15 き、適合する。

16 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液25mLを加え、超音波  
17 により粒子を小さく分散させる。更に、よく振り混ぜた後、  
18 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、遠心分離する。  
19 上澄液V mLを正確に量り、1mL中にヒドララジン塩酸塩  
20 ( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )約10 $\mu$ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸  
21 試液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定  
22 量用塩酸ヒドララジンを105℃で3時間乾燥し、その約25mg  
23 を精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に50mLと  
24 する。この液2mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加え  
25 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
26 溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
27 い、波長260nmにおける吸光度 $A_{T1}$ 及び $A_{S1}$ 並びに波長  
28 350nmにおける吸光度 $A_{T2}$ 及び $A_{S2}$ を測定する。

29 ヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )の量(mg)  
30  $= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / 50$

31  $M_S$ : 定量用塩酸ヒドララジンの秤取量(mg)

32 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により毎  
33 分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は80%  
34 以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
37 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
38 確に量り、表示量に従い1mL中にヒドララジン塩酸塩  
39 ( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )約11 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正  
40 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ヒドラ  
41 ラジンを105℃で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、  
42 水に溶かし、正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、  
43 水に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶  
44 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
45 り試験を行い、波長260nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
46 する。

47 ヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率  
48 (%)

49  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

50  $M_S$ : 定量用塩酸ヒドララジンの秤取量(mg)

51 C: 1錠中のヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )の表示量  
52 (mg)

53 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
54 とする。ヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ )約0.15gに対応  
55 する量を精密に量り、共栓フラスコに入れ、以下「ヒドララ  
56 ジン塩酸塩」の定量法を準用する。

57 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL  
58  $= 9.832\text{mg } C_8H_8N_4 \cdot HCl$

59 貯法 容器 気密容器。

1 注射用ヒドララジン塩酸塩

1 注射用ヒドララジン塩酸塩

2 Hydralazine Hydrochloride for Injection

3 注射用塩酸ヒドララジン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の99.0～113.0%に対応する

6 ヒドララジン塩酸塩( $C_8H_8N_4 \cdot HCl$ : 196.64)を含む。

7 製法 本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり、注射剤の製法に  
8 より製する。

9 性状 本品は白色～微黄色の粉末又は塊で、においはなく、味  
10 は苦い。

11 確認試験 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度  
12 測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長  
13 238～242nm, 258～262nm, 301～305nm及び313～  
14 317nmに吸収の極大を示す。

15 pH (2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは3.5～  
16 4.5である。

17 エンドトキシン (4.01) 5.0EU/mg未満。

18 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

19 (T: 106.0%)

20 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

21 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

24 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
25 その約0.15gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、水25mL  
26 に溶かし、塩酸25mLを加えて室温に冷却し、以下「ヒドラ  
27 ラジン塩酸塩」の定量法を準用する。

28 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

29 =9.832mg  $C_8H_8N_4 \cdot HCl$

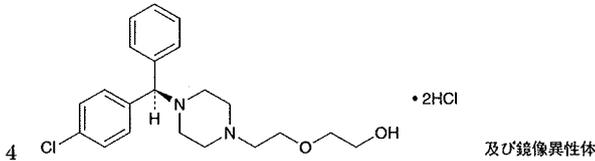
30 貯法 容器 密封容器。

1 ヒドロキシジン塩酸塩

1 ヒドロキシジン塩酸塩

2 Hydroxyzine Hydrochloride

3 塩酸ヒドロキシジン



5  $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$  : 447.83

6 2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-

7 yl}ethoxy)ethanol dihydrochloride

8 [2192-20-3]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシジン塩酸  
10 塩( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

12 本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール  
13 (95)又は酢酸(100)に溶けやすく、無水酢酸に極めて溶けに  
14 くく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 融点：約200°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLにチオシアン酸アンモニ  
18 ウム・硝酸コバルト(II)試液2~3滴を加えるとき、青色の沈  
19 殿を生じる。

20 (2) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
21 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
22 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
23 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
24 る。

25 (3) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
26 する。

27 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは1.3~  
28 2.5である。

29 純度試験

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

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

35 (3) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、  
36 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
37 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
38 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
39 試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
40 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  
41 酸エチル/エタノール(95)/アンモニア水(28)混液(150 :  
42 95 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
43 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  
44 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  
45 より濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、無水酢酸/  
49 酢酸(100)混液(7 : 3)60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
50 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
51 補正する。

52 0.1mol/L過塩素酸1mL=22.39mg  $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$

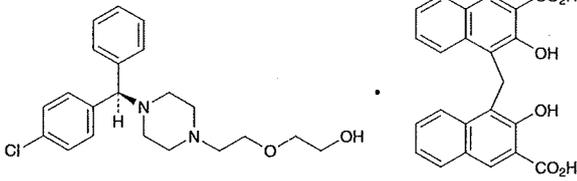
53 貯法 容器 気密容器。

1 ヒドロキシジンパモ酸塩

1 ヒドロキシジンパモ酸塩

2 Hydroxyzine Pamoate

3 パモ酸ヒドロキシジン



4

及び鏡像異性体

5  $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot C_{23}H_{16}O_6$  : 763.27

6 2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-

7 yl}ethoxy)ethanol mono[4,4'-methylenebis(3-hydroxy-2-

8 naphthoate)](1/1)

9 [10246-75-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ヒドロキシ  
11 ジンパモ酸塩( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot C_{23}H_{16}O_6$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわ  
13 ずかに苦い。

14 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセト  
15 ンに溶けにくく、水、メタノール、エタノール(95)又はジエ  
16 チルエーテルにほとんど溶けない。

17 確認試験

18 (1) 本品0.1gに水酸化ナトリウム試液25mLを加えて激し  
19 く振り混ぜた後、クロロホルム20mLで抽出し、クロロホル  
20 ム層を試料溶液とする[水層は(4)の試験に用いる]。試料溶液  
21 5mLにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液2mL  
22 を加えて振り混ぜた後、静置するとき、クロロホルム層は青  
23 色を呈する。

24 (2) (1)の試料溶液2mLを水浴上で蒸発乾固し、残留物を  
25 0.1mol/L塩酸試液に溶かし、500mLとする。この液につき、  
26 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
27 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  
28 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  
29 収を認める。

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

32 (4) (1)で得水層1mLに1mol/L塩酸試液2mLを加えると  
33 き、黄色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し、メタノール5mL  
34 に溶かし、塩化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は緑色を呈  
35 する。

36 純度試験

37 (1) 溶状 本品1.0gを*N,N*-ジメチルホルムアミド10mL  
38 に溶かすとき、液はわずかに緑色を帯びた淡黄褐色澄明であ  
39 る。

40 (2) 塩化物(1.03) 本品0.3gに希硝酸6mL及び水10mLを  
41 加えて5分間振り混ぜた後、ろ過する。残留物は水10mLず  
42 つで2回洗い、洗液はろ液に合わせ、更に水を加えて50mL  
43 とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
44 0.01mol/L塩酸0.80mLを加える(0.095%以下)。

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

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

50 (5) 類縁物質 本品0.40gを水酸化ナトリウム試液/アセ  
51 トン混液(1:1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液  
52 1mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液/アセトン混液  
53 (1:1)を加えて正確に20mLとする。この液5mLを正確に量  
54 り、水酸化ナトリウム試液/アセトン混液(1:1)を加えて正  
55 確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
56 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
57 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  
58 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/  
59 エタノール(95)/アンモニア試液混液(150:95:1)を展開溶  
60 媒として10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにヘキ  
61 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  
62 とき、試料溶液から得たヒドロキシジン及びパモ酸のスポッ  
63 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  
64 い。

65 水分(2.48) 3.0%以下(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

66 強熱残分(2.44) 0.5%以下(1g)。

67 定量法 本品約0.6gを精密に量り、水酸化ナトリウム試液  
68 25mLを加えて振り混ぜ、クロロホルム25mLずつで6回抽出  
69 する。各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナト  
70 リウム5gを置いた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液  
71 を合わせ、水浴上で濃縮して約30mLにする。これに酢酸  
72 (100)30mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指  
73 示薬: クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴定の終  
74 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  
75 の方法で空試験を行い、補正する。

76 0.1mol/L過塩素酸1mL=38.16mg  $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot C_{23}H_{16}O_6$

77 貯法 容器 気密容器。

## 1 ヒドロキシプロピルセルロース

2 Hydroxypropylcellulose

3 [9004-64-2]

4 本品はセルロースのヒドロキシプロピルエーテルである。  
5 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシプロポキシ  
6 シ基(-OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OH : 75.09)53.4~77.5%を含む。

7 性状 本品は白色~帯黄白色の粉末である。

8 本品はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

9 本品に水又はエタノール(95)を加えるとき、粘稠性のある  
10 液となる。

## 11 確認試験

12 (1) 本品1gに水100mLを加え、70℃の水浴中で5分間かき  
13 混ぜながら加熱した後、振り混ぜながら冷却する。更に均質  
14 な粘性の液になるまで室温で放置し、試料溶液とする。試料  
15 溶液2mLにアントロン試液1mLを穏やかに加えるとき、境  
16 界面は青色~緑色を呈する。

17 (2) (1)の試料溶液を水浴中で加熱するとき、白濁又は白  
18 色の沈殿を生じ、冷却するとき、白濁又は沈殿は消失する。

19 (3) 本品1gにエタノール(95)100mLを加え、かき混ぜて  
20 放置するとき、均質な粘稠性のある液となる。

21 pH (2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶  
22 かし液のpHは5.0~7.5である。

## 23 純度試験

24 (1) 溶状 高さ250mm、内径25mm、厚さ2mmのガラス  
25 円筒の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを外  
26 管とし、高さ300mm、内径15mm、厚さ2mmのガラス円筒  
27 の底に厚さ2mmの良質ガラス板を密着させたものを内管と  
28 し、その外管に、本品1.0gを水100mLに加えてかき混ぜな  
29 がら70℃の水浴中で加熱し、室温まで冷却した溶液を入れ  
30 る。これを幅1mm、間隔1mmの15本の平行線を黒色で書い  
31 た白紙の上に置き、内管を上下して、その上部から観察し、  
32 線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを  
33 測定する。この操作を3回繰り返して得た平均値は、次の比  
34 較液を用いて同様に操作して得た平均値より大きい。

35 比較液：0.005mol/L硫酸5.50mLに希塩酸1mL、エタノール  
36 (95)5mL及び水を加えて50mLとし、これに塩化バリ  
37 ウム試液2mLを加えて混和し、10分間放置した後、よ  
38 く振り混ぜて用いる。

39 (2) 塩化物 (1.03) 本品1.0gを水30mLに加えて、水浴中で  
40 かき混ぜながら30分間加熱した後、熱時ろ過する。残留物  
41 を熱湯15mLずつで3回洗い、洗液はろ液に合わせ、冷後、  
42 水を加えて100mLとする。この液10mLに希硝酸6mL及び  
43 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
44 較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.142%以下)。

45 (3) 硫酸塩 (1.14) (2)の試料溶液40mLに希塩酸1mL及  
46 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
47 比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)。

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

51 (5) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調

52 製し、試験を行う(2ppm以下)。

53 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(1g, 105℃, 4時間)。

54 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(1g)。

## 55 定量法

56 (i) 装置

57 分解瓶：5mLのガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が  
58 円すい状となっており、外径20mm、首部までの高さが  
59 50mm、高さ約30mmまでの容積が2mLで、栓は耐熱性  
60 樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

61 加熱器：厚さ60~80mmの角型金属アルミニウム製プロ  
62 ックに直径20.6mm、深さ32mmの穴をあけたもので、  
63 ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を  
64 有するもの。

65 (ii) 操作法 本品を乾燥し、その約65mgを精密に量り、  
66 分解瓶に入れ、アジピン酸65mg、内標準溶液2.0mL及びヨ  
67 ウ化水素酸2.0mLを加え、密栓し、その質量を精密に量る。  
68 分解瓶を30秒間振り混ぜた後、加熱器を用い150℃で5分ご  
69 とに振り混ぜながら、30分間加熱し、更に30分間加熱を続  
70 ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が10mg以下のも  
71 のの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸65mg、内標準  
72 溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり、密栓し、  
73 その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル50μLを  
74 加え、その質量を精密に量る。分解瓶を30秒間振り混ぜた  
75 後、上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1μLにつ  
76 き、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験  
77 を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピ  
78 ルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

79 ヒドロキシプロポキシ基(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)の量(%)  
80 
$$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 44.17$$

81  $M_S$  : 定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

82  $M_T$  : 本品の秤取量(mg)

83 内標準溶液 *n*-オクタンの*o*-キシレン溶液(1→25)

84 操作条件

85 検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器。

86 カラム：内径約3mm、長さ約3mのガラス管に、ガスク  
87 ロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを180  
88 ~250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に  
89 20%の割合で被覆したものを充てんする。

90 カラム温度：100℃付近の一定温度

91 キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリ  
92 ウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム  
93 又は窒素

94 流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調  
95 整する。

96 カラムの選定：標準溶液1μLにつき、上記の条件で操作  
97 するとき、ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に流  
98 出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用い  
99 る。

100 貯法 容器 密閉容器。

1 低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

1 低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

2 Low Substituted Hydroxypropylcellulose

3 [9004-64-2, ヒドロキシプロピルセルロース]

4 本品はセルロースの低置換度ヒドロキシプロピルエーテル  
5 である。

6 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシプロポキシ  
7 シ基(-OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OH: 75.09)5.0~16.0%を含む。

8 性状 本品は白色~帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか、  
9 又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

10 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  
11 けない。

12 本品は水酸化ナトリウム溶液(1→10)に溶け、粘稠性のある  
13 液となる。

14 本品に水、炭酸ナトリウム試液又は2mol/L塩酸試液を加  
15 えるとき、膨潤する。

16 確認試験

17 (1) 本品0.02gに水2mLを加え、振り混ぜて懸濁液とした  
18 後、アントロン試液1mLを穏やかに加えるとき、界面は  
19 青色~青緑色を呈する。

20 (2) 本品0.1gに水10mLを加え、かき混ぜて懸濁させた後、  
21 水酸化ナトリウム1gを加え、更にかき混ぜ、均質となった  
22 液を試料溶液とする。試料溶液0.1mLをとり、薄めた硫酸(9  
23 →10)9mLを加え、よく振り混ぜ、水浴中で正確に3分間加  
24 熱した後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液  
25 0.6mLを注意して加え、振り混ぜて25℃で放置するとき、  
26 液は初め紅色を呈し、100分間以内に紫色に変わる。

27 (3) (2)の試料溶液5mLをとり、アセトン/メタノール混  
28 液(4:1)10mLを加え、振り混ぜるとき、白色綿状の沈殿を  
29 生じる。

30 pH (2.54) 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水100mLを  
31 加え、振り混ぜた液のpHは5.0~7.5である。

32 純度試験

33 (1) 塩化物 (1.03) 本品0.5gに熱湯30mLを加え、よくか  
34 き混ぜ、水浴上で10分間加熱した後、熱時傾斜して上澄液  
35 より順次ろ過し、残留物を熱湯50mLでよく洗い、洗液はろ  
36 液に合わせ、冷後、水を加えて100mLとする。この液5mL  
37 をとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
38 液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを  
39 加える(0.355%以下)。

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

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

45 乾燥減量 (2.41) 6.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

46 強熱残分 (2.44) 1.0%以下(1g)。

47 定量法

48 (i) 装置

49 分解瓶: 5mLのガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が  
50 円すい状となっており、外径20mm、首部までの高さが  
51 50mm、高さ約30mmまでの容積が2mLで、栓は耐熱性

樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

53 加熱器: 厚さ60~80mmの角型金属アルミニウム製プロ  
54 ックに直径20.6mm、深さ32mmの穴をあけたもので、  
55 ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を  
56 有するもの。

57 (ii) 操作法 本品を乾燥し、その約65mgを精密に量り、  
58 分解瓶に入れ、アジピン酸65mg、内標準溶液2.0mL及びヨ  
59 ウ化水素酸2.0mLを加え、密栓し、その質量を精密に量る。  
60 分解瓶を30秒間振り混ぜた後、加熱器を用い150℃で、5分  
61 ごとに振り混ぜながら、30分間加熱し、更に30分間加熱を  
62 続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が10mg以下の  
63 ももの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸65mg、内標  
64 準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり、密栓  
65 し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル  
66 15μLを加え、その質量を精密に量る。分解瓶を30秒間振り  
67 混ぜた後、上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
68 2μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) に  
69 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イ  
70 ソプロピルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

71 ヒドロキシプロポキシ基(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)の量(%)

72 
$$= M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 44.17$$

73  $M_S$ : 定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)

74  $M_T$ : 本品の秤取量(mg)

75 内標準溶液 n-オクタンのo-キシレン溶液(1→50)

76 操作条件

77 検出器: 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器。

78 カラム: 内径約3mm、長さ約3mのガラス管に、ガスク  
79 ロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを180  
80 ~250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に  
81 20%の割合で被覆したものを充てんする。

82 カラム温度: 100℃付近の一定温度

83 キャリヤーガス: 熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリ  
84 ウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム  
85 又は窒素

86 流量: 内標準物質の保持時間が約10分になるように調  
87 整する。

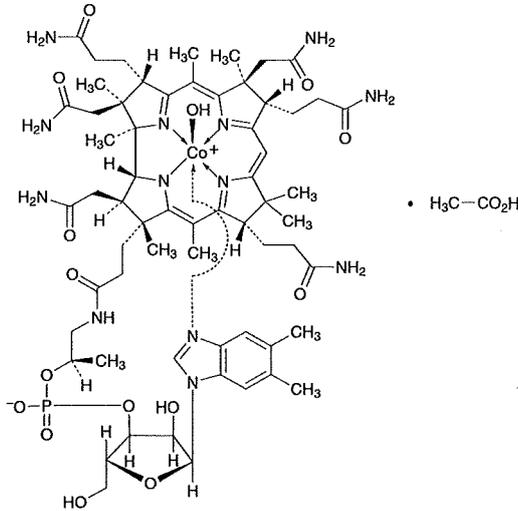
88 カラムの選定: 標準溶液1μLにつき、上記の条件で操作  
89 するとき、ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に流  
90 出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用い  
91 る。

92 貯法 容器 気密容器。

1 ヒドロキソコバラミン酢酸塩

2 Hydroxocobalamin Acetate

3 酢酸ヒドロキソコバラミン



4

5  $C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2 : 1406.41$

6  $Co\alpha\text{-}[\alpha\text{-}(5,6\text{-Dimethyl-}1H\text{-benzimidazol-}1\text{-yl)]\text{-Co}\beta\text{-}$

7 hydroxocobamide monoacetate

8 [13422-51-0, ヒドロキソコバラミン]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヒドロキソ  
10 コバラミン酢酸塩( $C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$ )95.0%以上を  
11 含む。

12 性状 本品は暗赤色の結晶又は粉末で、においはない。

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

15 本品は吸湿性である。

16 確認試験

17 (1) 本品のpH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→  
18 50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
19 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  
20 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  
21 同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品1mgに硫酸水素カリウム0.05gを混ぜ、強熱して  
23 融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水3mLを加え、  
24 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、  
25 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  
26 酸ナトリウム三水合物0.5g、希酢酸0.5mL及び1-ニトロソ  
27 -2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→  
28 500)0.5mLを加えるとき、液は直ちに赤色~だいたい赤色を  
29 呈し、塩酸0.5mLを追加し、1分間煮沸しても液の赤色は消  
30 えない。

31 (3) 本品0.02gにエタノール(99.5)0.5mL及び硫酸1mLを  
32 加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

33 純度試験 シアノコバラミン及び着色不純物 本品50mgずつ  
34 を2本の試験管にとり、それぞれにpH5.0の酢酸・酢酸ナト  
35 リウム緩衝液5mLを正確に加えて溶かす。この液の一方に  
36 チオシアン酸カリウム試液0.15mLを加え、30分間放置し、  
37 試料溶液(1)とする。他方にシアン化カリウム試液0.10mLを

38 加え、30分間放置し、試料溶液(2)とする。別にシアノコバ  
39 ラミン標準品3.0mgをとり、pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム  
40 緩衝液10mLを正確に加えて溶かし、標準溶液とする。これ  
41 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
42 を行う。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液20μLずつを  
43 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  
44 板に、原線に沿って約10mmの間隔で、それぞれ長さ25mm  
45 にスポットする。次に水飽和2-ブタノールを展開溶媒とし  
46 て、薄層板を水平面から約15°の角度に傾斜させて18時間展  
47 開した後、風乾する。標準溶液から得たスポットに対応する  
48 位置の試料溶液(1)から得たスポットは、標準溶液のスポッ  
49 トより濃くない。また、試料溶液(2)から得た主スポット以  
50 外のスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 12%以下(50mg, 減圧・0.67kPa以下, 酸  
52 化リン(V), 100°C, 6時間)。

53 定量法 本品約20mgを精密に量り、pH5.0の酢酸・酢酸ナト  
54 リウム緩衝液に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを  
55 正確に量り、50mLのメスフラスコに入れ、シアン化カリウ  
56 ム溶液(1→1000)1mLを加え、常温で30分間放置した後、  
57 pH5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mL  
58 とし、試料溶液とする。別にシアノコバラミン標準品(別途  
59 「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測  
60 定しておく)約20mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
61 50mLとする。この液2mLを正確に量り、pH5.0の酢酸・酢  
62 酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mLとし、標準溶液と  
63 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  
64 (2.24)により試験を行い、波長361nmにおける吸光度 $A_T$ 及  
65 び $A_S$ を測定する。

66 ヒドロキソコバラミン酢酸塩( $C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$ )の  
67 量(mg)

$$68 = M_S \times A_T / A_S \times 1.038$$

69  $M_S$ : 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量  
70 (mg)

71 貯法

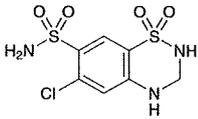
72 保存条件 遮光して、冷所に保存する。

73 容器 気密容器。

1 ヒドロクロロチアジド

1 ヒドロクロロチアジド

2 Hydrochlorothiazide



3

4 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub> : 297.74

5 6-Chloro-3,4-dihydro-2H-1,2,4-benzothiadiazine-7-

6 sulfonamide 1,1-dioxide

7 [58-93-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロクロロチアジド(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)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、においはなく、味はわずかに苦い。

10 本品はアセトンに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けにくく、水又はエタノール(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。

11 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

12 融点：約267°C(分解)。

13 確認試験

14 (1) 本品5mgにクロマトローブ酸試液5mLを加えて5分間放置するとき、液は紫色を呈する。

15 (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。

16 (3) (2)のろ液4mLに希硝酸5mL及び硝酸銀試液3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

17 (4) 本品12mgを水酸化ナトリウム試液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又はヒドロクロロ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。

18 純度試験

19 (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)。

20 (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)。

21 (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)。

22 (4) 芳香族第一アミン 本品80mgをとり、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、希塩酸3.0mL、水3.0mL及び亜硝酸ナトリウム試液0.15mLを加えて振り混ぜた後、1分間放置する。この液にアミド硫酸アンモニウム試液1.0mLを加えて振り混ぜ、3分間放置した後、N,N-ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシユウ酸塩試液1.0mLを加えて振り混ぜ、5分間放置する。この液につき、アセトン1.0mL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525nmにおける吸光度は0.10以下である。

23 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

24 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

25 定量法 本品及びヒドロクロロチアジド標準品を乾燥し、その約30mgずつを精密に量り、それぞれを移動相150mL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20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィ(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

26 ヒドロクロロチアジド(C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)の量(mg)

27 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

28 M<sub>S</sub> : ヒドロクロロチアジド標準品の秤取量(mg)

29 内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのアセトニトリル溶液(9→2000)

30 試験条件

31 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

32 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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

33 カラム温度：25°C付近の一定温度

34 移動相：pH3.0の0.1mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(9：1)

35 流量：ヒドロクロロチアジドの保持時間が約10分になるように調整する。

36 システム適合性

37 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、ヒドロクロロチアジド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は4以上である。

38 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ヒドロクロロ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。

39 貯法 容器 密閉容器。

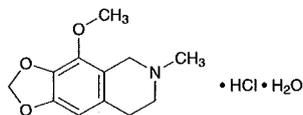
1 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物

1 ヒドロコタルニン塩酸塩水和物

2 Hydrocotarnine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸ヒドロコタルニン

4 ヒドロコタルニン塩酸塩



6  $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$  : 275.73

7 4-Methoxy-6-methyl-5,6,7,8-

8 tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-g]isoquinoline

9 monohydrochloride monohydrate

10 [5985-55-7, 無水物]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロコタルニン塩  
12 酸塩( $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$  : 257.71)98.0%以上を含む。

13 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸(100)に  
15 やや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
18 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
19 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
20 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
26 呈する。

27 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～  
28 6.0である。

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で  
31 ある。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法  
32 (2.24)により試験を行うとき、波長400nmにおける吸光度  
33 は0.17以下である。

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

37 (3) 類縁物質 本品0.10gを薄めたエタノール(1→2)10mL  
38 に溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、薄  
39 めたエタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし、標準溶  
40 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
41 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつ  
42 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
43 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  
44 /エタノール(99.5)/アンモニア水(28)混液(20 : 20 : 3 : 1)  
45 を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。  
46 これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液から  
47 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  
48 トより濃くない。

49 乾燥減量(2.41) 7.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

50 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

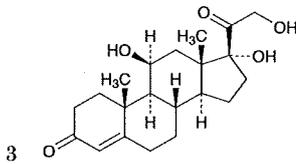
51 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
52 酢酸(100)混液(7 : 3)50mLを加え、加温して溶かす。冷後、  
53 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
54 方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL = 25.77mg  $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$

56 貯法 容器 気密容器。

## 1 ヒドロコルチゾン

## 2 Hydrocortisone



4  $C_{21}H_{30}O_5$  : 362.46

5 11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione

6 [50-23-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロコルチゾン  
8 ( $C_{21}H_{30}O_5$ )97.0~102.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

10 本品はメタノール、エタノール(95)又は1,4-ジオキサン  
11 にやや溶けにくく、クロロホルムに溶けにくく、水又はジエ  
12 チルエーテルに極めて溶けにくい。

13 融点 : 212~220°C(分解)。

## 14 確認試験

15 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、直ちに黄緑色の  
16 蛍光を發し、液の色はだいたい色を経て徐々に暗赤色に変わ  
17 る。この液に注意して水10mLを加えるとき、液は黄色を經  
18 てだいたい黄色に変わり、緑色の蛍光を發し、少量の綿状の  
19 浮遊物を生じる。

20 (2) 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし、フェーリング  
21 試液1mLを加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

22 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
24 本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾン標準品  
25 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  
26 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  
27 クトルに差を認めるときは、本品及びヒドロコルチゾン標準  
28 品のそれぞれをエタノール(95)に溶かした後、エタノールを  
29 蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

30 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +150~+156°(乾燥後, 0.1g, 1,4-  
31 ジオキサン, 10mL, 100mm)。

32 純度試験 類縁物質 本品20mgをクロロホルム/メタノール  
33 混液(9:1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを  
34 正確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9:1)を加えて  
35 正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
36 層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
37 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  
38 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。  
39 次にクロロホルム/エタノール(95)混液(17:3)を展開溶媒  
40 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外  
41 線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポ  
42 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  
43 い。

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

45 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

46 定量法 本品及びヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、その約  
47 20mgずつを精密に量り、それぞれをクロロホルム/メタノ

48 ール混液(9:1)20mLに溶かし、次に内標準溶液10mLずつ  
49 を正確に加えた後、クロロホルム/メタノール混液(9:1)を  
50 加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液  
51 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  
52 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
53 するヒドロコルチゾンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

54 ヒドロコルチゾン( $C_{21}H_{30}O_5$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

55  $M_S$  : ヒドロコルチゾン標準品の秤取量(mg)

56 内標準溶液 プレドニゾンのクロロホルム/メタノール混  
57 液(9:1)溶液(9→10000)

58 試験条件

59 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

60 カラム : 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm  
61 の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。  
62 カラム温度 : 20°C付近の一定温度

63 移動相 : クロロホルム/メタノール/酢酸(100)混液  
64 (1000:20:1)

65 流量 : ヒドロコルチゾンの保持時間が約15分になるよ  
66 うに調整する。

67 システム適合性

68 システムの性能 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
69 作するとき、内標準物質、ヒドロコルチゾンの順に溶  
70 出し、その分離度は7以上である。

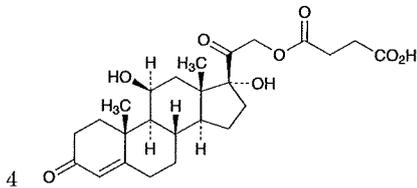
71 システムの再現性 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
72 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
73 対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比の相対標準  
74 偏差は1.0%以下である。

75 貯法 容器 気密容器。

1 ヒドロコルチゾンコハク酸エステル

1 ヒドロコルチゾンコハク酸エステル

- 2 Hydrocortisone Succinate
- 3 コハク酸ヒドロコルチゾン



- 5  $C_{25}H_{34}O_8$  : 462.53
- 6 11 $\beta$ ,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione
- 7 21-(hydrogen succinate)
- 8 [2203-97-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロコルチゾンコ  
10 ハク酸エステル( $C_{25}H_{34}O_8$ )97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。  
12 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)  
13 に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水にほと  
14 んど溶けない。

15 確認試験  
16 (1) 本品3mgに硫酸2mLを加えるとき、液は初め帯黄緑  
17 色の蛍光を發し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。  
18 この液は紫外線を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を發する。  
19 この液に注意して水10mLを加えるとき、液は黄色からだ  
20 いたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を發し、黄褐色綿状の浮遊  
21 物を生じる。

22 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
24 本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク  
25 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  
26 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  
27 し、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びヒド  
28 ロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノール  
29 に溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の  
30 試験を行う。

31 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +147~+153°(乾燥後, 0.1g, エタ  
32 ノール(99.5), 10mL, 100mm)。

33 純度試験 類縁物質 本品25mgをとり、メタノール10mLを  
34 正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にヒドロコルチゾ  
35 ン25mgをとり、メタノール10mLを正確に加えて溶かす。  
36 この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mL  
37 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
38 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
39 3 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
40 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  
41 ム/エタノール(99.5)/ギ酸混液(150 : 10 : 1)を展開溶媒  
42 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外  
43 線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポ  
44 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  
45 ない。

46 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(0.5g, 105°C, 3時間)。

47 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

48 定量法 本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を  
49 乾燥し、その約50mgずつを精密に量り、それぞれをメタノ  
50 ールに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLずつを正確  
51 に量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確に加えた後、メ  
52 タノールを加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
53 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
54 トグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピー  
55 ク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク  
56 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

57 ヒドロコルチゾンコハク酸エステル( $C_{25}H_{34}O_8$ )の量(mg)  
58  $= M_S \times Q_T / Q_S$

59  $M_S$  : ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量  
60 (mg)

61 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
62 (1→2500)

63 試験条件

64 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254nm)  
65 カラム : 内径4mm, 長さ30cmのステンレス管に10 $\mu$ m  
66 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
67 リカゲルを充てんする。

68 カラム温度 : 25°C付近の一定温度  
69 移動相 : pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/アセト  
70 ニトリル混液(3 : 2)

71 流量 : ヒドロコルチゾンコハク酸エステルの保持時間が  
72 約5分になるように調整する。

73 システム適合性

74 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
75 操作するとき、ヒドロコルチゾンコハク酸エステル、  
76 内標準物質の順に溶出し、その分離度は9以上である。  
77 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
78 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
79 に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク  
80 面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

81 貯法

82 保存条件 遮光して保存する。

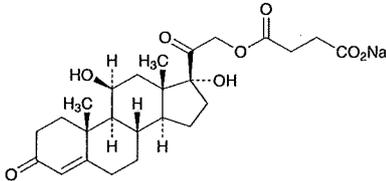
83 容器 気密容器。

1 ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム

1 ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナ  
2 リウム

3 Hydrocortisone Sodium Succinate

4 コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム



6  $C_{25}H_{33}NaO_8$  : 484.51

7 Monosodium 11 $\beta$ ,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione

8 21-succinate

9 [125-04-2]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヒドロコル  
11 チゾンコハク酸エステルナトリウム( $C_{25}H_{33}NaO_8$ )97.0~  
12 103.0%を含む。

13 性状 本品は白色の粉末又は塊で、においはない。

14 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、  
15 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品は吸湿性である。

17 本品は光によって徐々に着色する。

18 確認試験

19 (1) 本品0.2gを水20mLに溶かし、かき混ぜながら希塩酸  
20 0.5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し、  
21 水10mLずつで2回洗った後、105°Cで3時間乾燥する。乾燥  
22 物3mgに硫酸2mLを加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光  
23 を発し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。この液  
24 は紫外線を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を発する。この  
25 液に注意して水10mLを加えるとき、液は黄色からだいたい  
26 黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発し、黄褐色綿状の浮遊物を  
27 生じる。

28 (2) (1)で得た乾燥物0.01gをメタノール1mLに溶かし、フ  
29 ーリング試液1mLを加えて加熱するとき、だいたい色~  
30 赤色の沈殿を生じる。

31 (3) (1)で得た乾燥物0.1gを水酸化ナトリウム試液2mLに  
32 溶かし、10分間放置する。析出した沈殿をろ過し、ろ液に  
33 希塩酸1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、薄めた  
34 アンモニア試液(1→10)を加えてpH約6に調整し、塩化鉄(III)  
35 試液2~3滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

36 (4) (1)で得た乾燥物につき、赤外吸収スペクトル測定法  
37 (2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のス  
38 pektルと本品の参照spektル又は乾燥したヒドロコルチ  
39 ゼンコハク酸エステル標準品のspektルを比較するとき、  
40 両者のspektルは同一波数のところに同様の強度の吸収を  
41 認める。もし、これらのspektルに差を認めるときは、本  
42 品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれ  
43 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  
44 き、同様の試験を行う。

45 (5) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

46 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +135~+145°(乾燥物に換算したも

の0.1g, エタノール(95), 10mL, 100mm)。

48 純度試験

49 (1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
50 明である。

51 (2) 類縁物質 本品25mgをとり、メタノールに溶かし、  
52 正確に10mLとし、試料溶液とする。別にヒドロコルチゾン  
53 25mgをとり、メタノールに溶かし、正確に10mLとする。  
54 この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mL  
55 とし、標準溶液(1)とする。更に、標準溶液(1)6mLを正確に  
56 量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)と  
57 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)  
58 により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液  
59 (2)3 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤  
60 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  
61 ホルム/エタノール(99.5)/ギ酸混液(150:10:1)を展開溶  
62 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫  
63 外線(主波長254nm)を照射するとき、標準溶液(1)から得た  
64 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  
65 準溶液(1)のスポットより濃くない。また、試料溶液の主ス  
66 ポット及び上記のスポット以外のスポットは、1個以下であ  
67 り、標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。

68 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(0.5g, 105°C, 3時間)。

69 定量法 本品約10mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正  
70 確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノール  
71 を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にヒドロコ  
72 ルチゾンコハク酸エステル標準品を105°Cで3時間乾燥し、  
73 その約10mgを精密に量り、試料溶液の調製と同様に操作し、  
74 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  
75 光度測定法 (2.24)により試験を行い、波長240nmにおける  
76 吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

77 ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム

78 ( $C_{25}H_{33}NaO_8$ )の量(mg)

79  $=M_S \times A_T / A_S \times 1.048$

80  $M_S$ : ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量  
81 (mg)

82 貯法

83 保存条件 遮光して保存する。

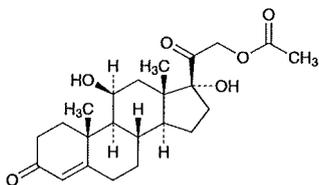
84 容器 気密容器。

1 ヒドロコルチゾン酢酸エステル

1 ヒドロコルチゾン酢酸エステル

2 Hydrocortisone Acetate

3 酢酸ヒドロコルチゾン



5 C<sub>23</sub>H<sub>32</sub>O<sub>6</sub> : 404.50

6 11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-acetate

7 [50-03-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロコルチゾン酢酸エステル(C<sub>23</sub>H<sub>32</sub>O<sub>6</sub>)97.0~102.0%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。

11 本品は1,4-ジオキサソニにやや溶けにくく、メタノール、  
12 エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく、ジエチルエ  
13 ーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 融点：約220°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、液は初め帯黄緑  
17 色の蛍光を發し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。  
18 この液は紫外線を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を發する。  
19 この液に注意して水10mLを加えるとき、液は黄色からだ  
20 いたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を發し、黄褐色綿状の浮遊  
21 物を生じる。

22 (2) 本品0.01gにメタノール1mLを加え、加温して溶かし、  
23 フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき、だいたい色  
24 ~赤色の沈殿を生じる。

25 (3) 本品0.05gに水酸化カリウム・エタノール試液2mLを  
26 加え、水浴上で5分間加熱する。冷後、薄めた硫酸(2→  
27 7)2mLを加え、1分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチル  
28 においを發する。

29 (4) 本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥  
30 し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤  
31 法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、両者の  
32 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。  
33 もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれを  
34 エタノール(95)に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物  
35 につき、同様の試験を行う。

36 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +158~+165°(乾燥後, 50mg, 1,4  
37 -ジオキサソニ, 10mL, 100mm)。

38 純度試験 類縁物質 本品40mgをクロロホルム/メタノール  
39 混液(9 : 1)25mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを  
40 正確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9 : 1)を加えて  
41 正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
42 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
43 液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
44 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロ  
45 メタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液(160 :  
46 30 : 8 : 1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を

47 風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均  
48 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  
49 ットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

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

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

52 定量法 本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥  
53 し、その約20mgずつを精密に量り、それぞれをメタノール  
54 に溶かし、次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた後、メ  
55 タノールを加えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
56 試料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体クロ  
57 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質の  
58 ピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク  
59 面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

60 ヒドロコルチゾン酢酸エステル(C<sub>23</sub>H<sub>32</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)  
61 =  $M_S \times Q_T / Q_S$

62  $M_S$  : ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

63 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  
64 液(1→1000)

65 試験条件

66 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

67 カラム : 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
68 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
69 ル化シリカゲルを充てんする。

70 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

71 移動相 : 水/アセトニトリル混液(13 : 7)

72 流量 : ヒドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約8  
73 分になるように調整する。

74 システム適合性

75 システムの性能 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
76 操作するとき、ヒドロコルチゾン酢酸エステル、内標  
77 準物質の順に溶出し、その分離度は4以上である。

78 システムの再現性 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
79 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
80 に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積  
81 の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

82 貯法 容器 気密容器。

1 ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏

1 ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン

2 軟膏

3 Hydrocortisone and Diphenhydramine Ointment

4 製法

ヒドロコルチゾン酢酸エステル	5g
ジフェンヒドラミン	5g
白色ワセリン	適量
全量	1000g

5 以上をとり、軟膏剤の製法により製する。

6 性状 本品は白色～微黄色である。

7 確認試験

8 (1) 本品1gにエタノール(95)10mLを加え、時々振り混ぜ  
9 ながら水浴上で5分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液5mLを  
10 とり、エタノールを留去した後、残留物に硫酸2mLを加え  
11 るとき、液は初め黄緑色の蛍光を發し、徐々に黄色を経て黄  
12 褐色に変わる。この液に注意して水10mLを加えるとき、液  
13 は黄色に変わり、緑色の蛍光を發し、淡黄色の浮遊物を生じ  
14 る(ヒドロコルチゾン酢酸エステル)。

15 (2) (1)のろ液1mLにpH4.6のフタル酸水素カリウム緩衝  
16 液5mL及びプロモフェノールブルー試液2mLを加え、更に  
17 クロロホルム5mLを加えてよく振り混ぜた後、静置すると  
18 き、クロロホルム層は黄色を呈する(ジフェンヒドラミン)。

19 (3) 本品1gにメタノール5mLを加えて加温し、振り混ぜ、  
20 冷後、メタノール層を分取し、試料溶液とする。別に酢酸ヒ  
21 ドロコルチゾン及びジフェンヒドラミン0.01gずつをそれぞ  
22 れメタノール10mLに溶かし、標準溶液(1)及び標準溶液(2)  
23 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
24 (2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準  
25 溶液(2)5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(混  
26 合蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次  
27 に酢酸エチル/ジエチルエーテル混液(4:1)を展開溶媒とし  
28 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(広  
29 域波長)を照射するとき、試料溶液から得た2個のスポットの  
30  $R_f$ 値は、標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのス  
31 ポットの $R_f$ 値に等しい。

32 貯法

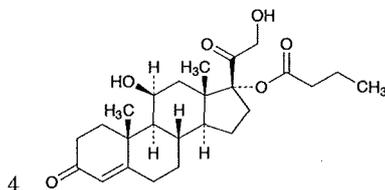
33 保存条件 遮光して保存する。

34 容器 気密容器。

1 ヒドロコルチゾン酪酸エステル

2 Hydrocortisone Butyrate

3 酪酸ヒドロコルチゾン



5  $C_{25}H_{36}O_6$  : 432.55

6 11 $\beta$ ,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 17-butyrate

7 [13609-67-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロコルチゾン酪酸エステル( $C_{25}H_{36}O_6$ )96.0~104.0%を含む。

10 性状 本品は白色の粉末で、においはない。

11 本品はテトラヒドロフラン、クロロホルム又は1,2-ジクロロエタンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)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。

15 融点：約200℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光を發し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。この液に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を發する。また、この液に注意して水10mLを加えるとき、液は黄色からだいたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を發し、黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

23 (2) 本品0.01gにメタノール1mLを加え、加温して溶かし、フェーリング試液1mLを加えて加熱するとき、だいたい色~赤色の沈殿を生じる。

26 (3) 本品0.05gに水酸化カリウム・エタノール試液2mLを加え、水浴上で5分間加熱する。冷後、薄めた硫酸(2→7)2mLを加え1分間穏やかに煮沸するとき、酪酸エチルのにおいを發する。

30 (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。

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : +48~+52°(乾燥後, 0.1g, クロロホルム, 10mL, 100mm)。

36 純度試験

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

40 (2) 類縁物質 本品25mgをテトラヒドロフラン5mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に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10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した

47 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(470 : 30 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾ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、2個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

53 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 3時間)。

54 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約50mg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2mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に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。

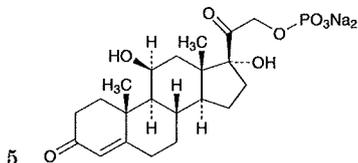
61 ヒドロコルチゾン酪酸エステル( $C_{25}H_{36}O_6$ )の量(mg)

$$62 = A / 375 \times 25000$$

63 貯法 容器 気密容器。

1 ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

2 ウム  
3 Hydrocortisone Sodium Phosphate  
4 リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム



5  
6  $C_{21}H_{29}Na_2O_8P$  : 486.40  
7 Disodium 11 $\beta$ ,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione  
8 21-phosphate  
9 [6000-74-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム( $C_{21}H_{29}Na_2O_8P$ )96.0~  
11 102.0%を含む。

12 性状 本品は白色~淡黄色の粉末で、においはない。

13 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ  
14 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  
15 んど溶けない、  
16 本品は吸湿性である。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、液は初め帯黄緑  
20 色の蛍光を発生し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。  
21 この液は紫外線(主波長254nm)を照射するとき、強い淡緑色  
22 の蛍光を発生する。この液に注意して水10mLを加えるとき、  
23 液は黄色からだいたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発生し、  
24 黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
26 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  
27 スペクトル又はヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム  
28 標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
29 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これら  
30 のスペクトルに差を認めるときは、本品及びヒドロコルチゾ  
31 ンリン酸エステルナトリウム標準品をそれぞれメタノールに  
32 溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試  
33 験を行う。

34 (3) 本品1.0gを少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化す  
35 る。冷後、残留物を希硝酸10mLに溶かし、水浴中で30分間  
36 加熱する。冷後、必要ならばろ過する。この液はナトリウム  
37 塩及びリン酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

38 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +123~+131°(脱水物に換算したも  
39 の1g, pH7.0のリン酸塩緩衝液, 100mL, 100mm)。

40 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.5~  
41 9.5である。

42 純度試験

43 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色~  
44 微黄色澄明である。

45 (2) 塩化物(1.03) 本品0.30gを水20mLに溶かし、希硝  
46 酸6mL及び水を加えて100mLとする。この液5mLをとり、

47 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
48 較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.600%以下)。

49 (3) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
50 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(40ppm以  
51 下)。

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

54 (5) 遊離リン酸 本品約0.25gを精密に量り、水に溶かし、  
55 正確に100mLとし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸  
56 標準液5mLずつを正確に量り、それぞれを25mLのメスフラ  
57 スコに入れ、セモリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液  
58 2.5mL及び1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液  
59 1mLを加えて振り混ぜ、水を加えて正確に25mLとし、20±  
60 1°Cで30分間放置する。これらの液につき、水5mLを用いて  
61 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  
62 (2.24)により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から  
63 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  
64 測定するとき、遊離リン酸の量は1.0%以下である。

65 遊離リン酸( $H_3PO_4$ )の含量(%)  
66  $= A_T / A_S \times 1 / M \times 258.0$

67  $M$ : 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

68 (6) 遊離ヒドロコルチゾン 本品25mgをとり、移動相に  
69 溶かし、正確に20mLとし、試料溶液とする。別にヒドロコ  
70 ルチゾン標準品を105°Cで3時間乾燥し、その25mgをとり、  
71 移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確  
72 に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、標準溶液とす  
73 る。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条  
74 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、そ  
75 れぞれの液のヒドロコルチゾンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測  
76 定するとき、 $A_T$ は $A_S$ より大きくない。

77 試験条件

78 定量法の試験条件を準用する。

79 システム適合性

80 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

81 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
82 で試験を6回繰り返すとき、ヒドロコルチゾンのピー  
83 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

84 水分(2.48) 5.0%以下(30mg, 電量滴定法)。

85 定量法 本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム  
86 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)  
87 約20mgずつを精密に量り、それぞれを移動相50mLに溶か  
88 した後、内標準溶液10mLずつを正確に加え、移動相を加え  
89 て200mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
90 び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィ  
91 ー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
92 するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比 $Q_T$   
93 及び $Q_S$ を求める。

94 ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

95 ( $C_{21}H_{29}Na_2O_8P$ )の量(mg)

96  $= M_S \times Q_T / Q_S$

97  $M_S$ : 脱水物に換算したヒドロコルチゾンリン酸エステル

## 2 ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

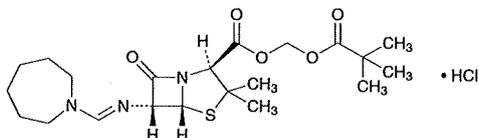
- 98 ナトリウム標準品の秤取量(mg)
- 99 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶  
100 液(3→5000)
- 101 試験条件
- 102 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)
- 103 カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に7 $\mu$ m  
104 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
105 リカゲルを充てんする。
- 106 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 107 移動相：pH2.6の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試  
108 液/メタノール混液(1：1)
- 109 流量：ヒドロコルチゾンリン酸エステルの保持時間が約  
110 10分になるように調整する。
- 111 システム適合性
- 112 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
113 操作するとき，ヒドロコルチゾンリン酸エステル，内  
114 標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である。
- 115 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
116 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積  
117 に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面  
118 積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 119 貯法 容器 気密容器。

1 ピブメシリナム塩酸塩

1 ピブメシリナム塩酸塩

2 Pivmecillinam Hydrochloride

3 塩酸ピブメシリナム



5 C<sub>21</sub>H<sub>33</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S · HCl : 476.03

6 2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(azepan-  
7 1-ylmethylene)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-  
8 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride  
9 [32887-03-9]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり630～  
11 710μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、メシリナム  
12 (C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S : 325.43)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

14 本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、水  
15 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  
16 溶けやすい。

17 確認試験

18 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
19 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
20 品の参照スペクトル又はピブメシリナム塩酸塩標準品のスペ  
21 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のとこ  
22 ろに同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品0.5gを水10mLに溶かし、希硝酸1mL及び硝酸銀  
24 試液1滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

25 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +200～+220°(脱水物に換算したも  
26 の1g, 水, 100mL, 100mm)。

27 純度試験

28 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、硝酸マグネシウム  
29 六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え、エタノ  
30 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  
31 この方法でなお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、  
32 再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸3mLを加え、  
33 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  
34 物に水10mLを加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、アン  
35 モニア試液を滴加し、pHを3～4に調整した後、希酢酸2mL  
36 を加え、必要ならばろ過し、水10mLで洗い、ろ液及び洗液  
37 をネスラー管に入れ、水を加えて50mLとする。これを検液  
38 とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLをとり、以下検  
39 液の調製法と同様に操作する(20ppm以下)。

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

42 (3) 類縁物質 本品50mgをアセトニトリル/酢酸(100)混  
43 液(97:3)4.0mLに溶かし、試料溶液とする。別にピブメシ  
44 リナム塩酸塩標準品2.0mgを水4.0mLに溶かし、標準溶液と  
45 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
46 により試験を行う。標準溶液2μLを薄層クロマトグラフィー  
47 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、30分

48 間放置した後、試料溶液2μLをスポットする。直ちにアセト  
49 ン/水/酢酸(100)混液(10:1:1)を展開溶媒として、約  
50 12cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中  
51 で10分間放置するとき、標準溶液から得たスポットに対応  
52 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  
53 スポットより小さくなく、かつ濃くない。また、試料溶液に  
54 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。

55 水分(2.48) 1.0%以下(0.25g, 電量滴定法)。

56 定量法 本品及びピブメシリナム塩酸塩標準品約20mg(力価)  
57 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  
58 標準溶液10mLずつを正確に加えた後、移動相を加えて  
59 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
60 標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
61 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
62 るピブメシリナムのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

63 メシリナム(C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S)の量[μg(力価)]  
64  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

65  $M_S$ : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

66 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→12500)

67 試験条件

68 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

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

72 カラム温度: 25°C付近の一定温度

73 移動相: 酢酸アンモニウム0.771gを水約900mLに溶か  
74 し、酢酸(100)を加えてpHを3.5に調整した後、更に  
75 水を加えて1000mLとする。この液400mLにアセト  
76 ニトリル600mLを加える。

77 流量: ピブメシリナムの保持時間が約6.5分になるよう  
78 に調整する。

79 システム適合性

80 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、ピブメシリナム、内標準物質の順に溶  
82 出し、その分離度は4以上である。

83 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
84 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
85 に対するピブメシリナムのピーク面積の比の相対標準  
86 偏差は1.0%以下である。

87 貯法 容器 気密容器。

# 1 ピブメシリナム塩酸塩錠

## 1 ピブメシリナム塩酸塩錠

2 Pivmecillinam Hydrochloride Tablets

3 塩酸ピブメシリナム錠

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0~107.0%に  
5 対応するメシリナム( $C_{15}H_{23}N_3O_3S$ : 325.43)を含む。

6 製法 本品は「ピブメシリナム塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ピブメシリナム塩  
9 酸塩」35mg(力価)に対応する量を取り、アセトニトリル/  
10 酢酸(100)混液(97:3)4mLに溶かし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメ  
11 ンブランフィルターでろ過する。初めのろ液2mLを除き、  
12 次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準  
13 品25mgをアセトニトリル/酢酸(100)混液(97:3)2mLに溶  
14 かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
15 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
16 2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
17 製した薄層板にスポットし、直ちにアセトン/水/酢酸  
18 (100)混液(10:1:1)を展開溶媒として、約12cm展開した後、  
19 薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に10分間放置する  
20 とき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たス  
21 ポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

22 水分(2.48) 3.0%以下(本品を粉末としたもの1g、容量滴定  
23 法、直接滴定)。

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

26 本品1個をとり、移動相40mLを加え、10分間激しく振り  
27 混ぜた後、移動相を加えて正確に50mLとする。「ピブメシ  
28 リナム塩酸塩」約10mg(力価)に対応する容量V mLを正確に  
29 量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を加えて  
30 50mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ  
31 過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。  
32 別にピブメシリナム塩酸塩標準品約20mg(力価)に対応する  
33 量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液10mLを正確  
34 に加えた後、移動相を加えて100mLとし、標準溶液とする。  
35 以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する。

36 メシリナム( $C_{15}H_{23}N_3O_3S$ )の量[mg(力価)]

$$37 = M_S \times Q_T / Q_S \times 25 / V$$

38  $M_S$ : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

39 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→12500)

40 崩壊性(6.09) 補助盤を使用して試験を行うとき、適合する。

41 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
42 とする。「ピブメシリナム塩酸塩」約0.1g(力価)に対応する  
43 量を精密に量り、移動相50mLを加え、10分間激しく振り混  
44 ぜた後、移動相を加えて正確に100mLとする。この液10mL  
45 を正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相  
46 を加えて50mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィル  
47 ターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶  
48 液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品約20mg(力価)  
49 に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液  
50 10mLを正確に加えた後、移動相を加えて100mLとし、標準  
51 溶液とする。以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用

52 する。

53 メシリナム( $C_{15}H_{23}N_3O_3S$ )の量[mg(力価)]

$$54 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5$$

55  $M_S$ : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

56 内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液(1→12500)

57 貯法 容器 気密容器。

1 ヒプロメロース

1 ヒプロメロース

2 Hypromellose

3 ヒドロキシプロピルメチルセルロース

4 [9004-65-3]

5 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
6 各条である。

7 なお、三薬局方で調和されていない部分は「 $\diamond$ 」で囲むこと  
8 により示す。

9 本品はセルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合  
10 エーテルである。

11 本品には1828、2208、2906及び2910の置換度タイプがあ  
12 り、それぞれ定量するとき、換算した乾燥物に対し、以下の  
13 表に示すメトキシ基(-OCH<sub>3</sub>: 31.03)及びヒドロキシプロ  
14 キシ基(-OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OH: 75.09)を含む。

15 本品はその置換度タイプを表示すると共に、その粘度をミ  
16 リパスカル秒(mPa·s)の単位で表示する。

置換度 タイプ	メトキシ基(%)		ヒドロキシ プロキシ基(%)	
	下限	上限	下限	上限
1828	16.5	20.0	23.0	32.0
2208	19.0	24.0	4.0	12.0
2906	27.0	30.0	4.0	7.5
2910	28.0	30.0	7.0	12.0

17  $\diamond$ 性状 本品は白色〜帯黄白色の粉末又は粒である。

18 本品はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

19 本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁し  
20 た粘稠性のある液となる。 $\diamond$

21 確認試験

22 (1) 本品1.0gをビーカーに入れた水100mLの表面に、必  
23 要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら、均一に  
24 分散し、放置するとき、水面上で凝集する。

25 (2) 本品1.0gを熱湯100mLに加え、かき混ぜるとき、懸  
26 濁液となる。この懸濁液を10℃に冷却し、かき混ぜるとき、  
27 澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる。

28 (3) (2)の試験終了後の溶液0.1mLに薄めた硫酸(9→  
29 10)9mLを加えて振り混ぜ、水浴中で正確に3分間加熱した  
30 後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液0.6mLを注  
31 意して加え、振り混ぜて25℃で放置するとき、液は初め紅  
32 色を呈し、更に100分間以内に紫色に変わる。

33 (4) (2)の試験終了後の溶液2~3mLをスライドガラス上に  
34 薄く塗り、水を蒸発させるとき、透明なフィルムを形成する。

35 (5) 水50mLを正確に量り、(2)の試験終了後の溶液50mL  
36 を正確に加え、かき混ぜながら1分間に2~5℃上昇するよう  
37 に加温する。液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とする  
38 とき、50℃以上である。

39 粘度 (2.53)

40 第1法：本品の表示粘度が600mPa·s未満のものに適用す  
41 る。本品の換算した乾燥物4.000gに対応する量を広口瓶に  
42 正確に量り、熱湯を加えて200.0gとし、容器にふたをした  
43 後、かき混ぜ機を用いて、均一な分散液となるまで毎分350  
44 ~450回転で10~20分間かき混ぜる。必要ならば容器の器壁

45 に付着した試料をかき取り、分散液に加えた後、10℃以下  
46 の水浴中で20~40分間かき混ぜながら溶解する。必要なら  
47 ば冷水を加えて200.0gとし、溶液中又は液面に泡を認める  
48 ときは遠心分離などで除き、試料溶液とする。試料溶液につ  
49 き、20±0.1℃で粘度測定法第1法により試験を行うとき、  
50 表示粘度の80~120%である。

51 第2法：本品の表示粘度が600mPa·s以上のものに適用す  
52 る。本品の換算した乾燥物10.00gに対応する量を広口瓶に  
53 正確に量り、熱湯を加えて500.0gとし、以下第1法と同様に  
54 操作して試料溶液とする。試料溶液につき、20±0.1℃で粘  
55 度測定法第2法の単一円筒形回転粘度計により、次の条件で  
56 試験を行うとき、表示粘度の75~140%である。

57 操作条件

58 装置機種：ブルックフィールド型粘度計LVモデル

59 円筒番号、回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定め  
60 た以下の表に従う。

表示粘度(mPa·s)	円筒 番号	回転数 /分	換算 乗数
600以上	1400未満	3	60
1400以上	3500未満	3	12
3500以上	9500未満	4	60
9500以上	99500未満	4	6
99500以上		4	3
			2000

61 装置の操作：装置を作動させ、2分間回転させてから粘  
62 度計の測定値を読み取り、2分間停止する。同様の操  
63 作を2回繰り返す。3回の測定値を平均する。

64 pH (2.54) 粘度試験の試料溶液を20±2℃とし、5分間放置  
65 した液のpHは5.0~8.0である。

66 純度試験 重金属 本品1.0gを100mLのケルダールフラスコ  
67 にとり、硝酸/硫酸混液(5:4)を試料が十分に潤うまで加え  
68 て穏やかに加熱する。この操作を硝酸/硫酸混液(5:  
69 4)18mLを使用するまで繰り返す。液が黒色に変化するまで  
70 穏やかに煮沸する。冷後、硝酸2mLを加え、液が黒色に変  
71 化するまで加熱する。この操作を繰り返し、液が黒色に変化  
72 しなくなった後、濃い白煙を生じるまで強く加熱する。冷後、  
73 水5mLを加え、濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し、更  
74 に液量が2~3mLになるまで加熱する。冷後、水5mLを加え  
75 たとき、液がなお黄色を呈するときは、過酸化水素(30)1mL  
76 を加え、液量が2~3mLになるまで加熱する。冷後、水2~  
77 3mLを加えて希釈した液をネスラー管に入れ、水を加えて  
78 25mLとし、検液とする。別に鉛標準液2.0mLを100mLのケ  
79 ルダールフラスコに入れ、硝酸/硫酸混液(5:4)18mLを加  
80 え、更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え、濃い白煙を  
81 生じるまで加熱する。冷後、水10mLを加え、検液の調製に  
82 過酸化水素(30)を用いた場合には、その同量を加え、以下、  
83 検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液  
84 にアンモニア水(28)を加え、液のpHを3.0~4.0に調整し、水  
85 を加えて40mLとする。更にそれぞれチオアセトアミド・グ  
86 リセリン塩基性試液1.2mL、pH3.5の酢酸塩緩衝液2mL及び  
87 水を加えて50mLとし、5分間放置した後、両管を白色の背  
88 景を用い、上方から観察して液の色を比較する。検液の呈す  
89 る色は、比較液の呈する色より濃くない(20ppm以下)。

90 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

91 強熱残分 (2.44) 1.5%以下(1g)。

2 ヒプロメロース

92	定量法	144	システム適合性
93	(i) 装置	145	システムの性能：標準溶液1~2 $\mu$ Lにつき、上記の条件
94	分解瓶：5mLの耐圧セラムバイアルで、外径20mm、高	146	で操作するとき、ヨードメタン、ヨウ化イソプロピル、
95	さ50mm、首部の外径20mm及び内径13mm、セプタム	147	内標準物質の順に流出し、それぞれのピークは完全に
96	は表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で、アル	148	分離する。
97	ミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定し	149	◆貯法 容器 密閉容器◆
98	て密栓できるもの、又は同等の構造を持つもの。		
99	加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20mm、		
100	深さ32mmの穴をあけたもので分解瓶に適合するもの。		
101	加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物		
102	をかき混ぜる構造を有するか、又は振とう器に取り付		
103	けられて、毎分約100回の往復振とうができるもの。		
104	(ii) 操作法 本品約65mgを精密に量り、分解瓶に入れ、		
105	アジピン酸0.06~0.10g、内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素		
106	酸2.0mLを加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。分		
107	解瓶の内容物の温度が130 $\pm$ 2 $^{\circ}$ Cになるようにブロックを加		
108	熱しながら、加熱器に付属したマグネチックスターラー又は		
109	振とう器を用いて60分間かき混ぜる。マグネチックスター		
110	ラー又は振とう器が使えない場合には、加熱時間の初めの		
111	30分間、5分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密		
112	に量り、減量が内容物質量の0.50%以下又は内容物の漏れが		
113	ないとき、混合物の上層を試料溶液とする。別にアジピン酸		
114	0.06~0.10g、内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを		
115	分解瓶にとり、直ちに密栓し、その質量を精密に量り、マイ		
116	クロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン		
117	45 $\mu$ L及び定量用ヨウ化イソプロピル15~22 $\mu$ Lを加え、それ		
118	ぞれの質量を精密に量る。分解瓶をよく振り混ぜた後、内容		
119	物の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1~2 $\mu$ L		
120	につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により		
121	試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン		
122	及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 $Q_{Ta}$ 、 $Q_{Tb}$ 及び $Q_{Sa}$ 、		
123	$Q_{Sb}$ を求める。		
124	メトキシ基(CH <sub>3</sub> O)の量(%)		
125	$= Q_{Ta} / Q_{Sa} \times M_{Sa} / M \times 21.86$		
126	ヒドロキシプロポキシ基(C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> O <sub>2</sub> )の量(%)		
127	$= Q_{Tb} / Q_{Sb} \times M_{Sb} / M \times 44.17$		
128	$M_{Sa}$ ：定量用ヨードメタンの秤取量(mg)		
129	$M_{Sb}$ ：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量(mg)		
130	$M$ ：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)		
131	内標準溶液 $n$ -オクタンの $o$ -キシレン溶液(3 $\rightarrow$ 100)		
132	試験条件		
133	検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器		
134	カラム：内径3~4mm、長さ1.8~3mのガラス管に、ガ		
135	スクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを		
136	125~150 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土		
137	に10~20%の割合で被覆したものを充てんする。		
138	カラム温度：100 $^{\circ}$ C付近の一定温度		
139	キャリアーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリ		
140	ウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム		
141	又は窒素。		
142	流量：内標準物質の保持時間が約10分になるように調		
143	整する。		

1 ヒプロメロースフタル酸エステル

1 ヒプロメロースフタル酸エステル

2 Hypromellose Phthalate

3 ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル

4 ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート

5 [9050-31-1]

6 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  
7 各条である。

8 なお、三薬局方で調和されていない部分は「♦」で囲むことに  
9 より示す。

10 本品はヒプロメロースのモノフタル酸エステルである。

11 本品はメトキシ基(-OCH<sub>3</sub>: 31.03)、ヒドロキシプロポキ  
12 シ基(-OCH<sub>2</sub>CHOHCH<sub>3</sub>: 75.09)及びカルボキシベンゾイル  
13 基(-COC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOH: 149.12)を含む。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、カルボキシ  
15 ベンゾイル基21.0~35.0%を含む。

16 ♦本品は置換度タイプを表示すると共に、その粘度をミリ  
17 パスカル秒(mPa·s)の単位で表示する。

置換度タイプ	カルボキシベンゾイル基(%)	
	下限	上限
200731	27.0	35.0
220824	21.0	27.0

18 ♦性状 本品は白色の粉末又は粒である。

19 本品は水、アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとん  
20 ど溶けない。

21 本品はメタノール/ジクロロメタン混液(1:1)又はエタノ  
22 ール(99.5)/アセトン混液(1:1)を加えるとき、粘稠性のある  
23 液となる。

24 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。♦

25 ♦確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カ  
26 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  
27 参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波  
28 数のところに同様の強度の吸収を認める。♦

29 粘度(2.53) 本品を105℃で1時間乾燥し、その10gをとり、  
30 メタノールとジクロロメタンをそれぞれの質量比で50%に  
31 なるように混合した液90gを加え、かき混ぜた後更に振り混  
32 ぜて溶かし、20±0.1℃で第1法により試験を行うとき、表  
33 示粘度の80~120%である。

34 純度試験

35 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gを0.2mol/L水酸化ナトリウ  
36 ム液40mLに溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え  
37 た後、その赤色が消えるまで激しくかき混ぜながら希硝酸を  
38 滴加する。更にかき混ぜながら希硝酸20mLを加える。生成  
39 したゲル状の沈殿が粒子状になるまで水浴上でかき混ぜなが  
40 ら加熱し、冷後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を水  
41 20mLずつで3回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を  
42 合わせ、水を加えて200mLとし、ろ過する。ろ液50mLを検  
43 液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.50mLに  
44 0.2mol/L水酸化ナトリウム液10mL、希硝酸7mL及び水を加  
45 えて50mLとする(0.07%以下)。

46 ♦(2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作

47 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
48 (10ppm以下)。♦

49 (3) フタル酸 本品約0.2gを精密に量り、アセトニトリル  
50 約50mLを加え、超音波処理を行って部分的に溶かした後、  
51 水10mLを加え、再び超音波処理を行って溶かし、冷後、ア  
52 セトニトリルを加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。  
53 別にフタル酸約12.5mgを精密に量り、アセトニトリル約  
54 125mLを加え、かき混ぜて溶かした後、水25mLを加え、次  
55 にアセトニトリルを加えて正確に250mLとし、標準溶液と  
56 する。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の  
57 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。  
58 それぞれの液のフタル酸のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する  
59 とき、フタル酸(C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>: 166.13)の量は1.0%以下である。

60 
$$\text{フタル酸の量(}\%) = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 40$$

61 M<sub>S</sub>: フタル酸の秤取量(mg)

62 M<sub>T</sub>: 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

63 操作条件

64 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 235nm)

65 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に3~  
66 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
67 ル化シリカゲルを充てんする。

68 カラム温度: 20℃付近の一定温度

69 移動相: 0.1%トリフルオロ酢酸/アセトニトリル混液  
70 (9:1)

71 流量: 毎分約2.0mL

72 システム適合性

73 ♦システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
74 で操作するとき、フタル酸のピークの理論段数及びシン  
75 ンメトリー係数は、それぞれ2500段以上、1.5以下で  
76 ある。♦

77 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
78 で試験を6回繰り返すとき、フタル酸のピーク面積の  
79 相対標準偏差は1.0%以下である。

80 水分(2.48) 5.0%以下(1g、容量滴定法、直接滴定、ただし、  
81 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  
82 ロメタン混液(3:2)を用いる)。

83 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

84 定量法 本品約1gを精密に量り、エタノール(95)/アセトン/  
85 水混液(2:2:1)50mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナ  
86 トリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: フェノールフタレイ  
87 ン試液2滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

88 カルボキシベンゾイル基(C<sub>8</sub>H<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の含量(%)

89 
$$= \{(0.01 \times 149.1 \times V) / M\} - \{(2 \times 149.1 \times P) / 166.1\}$$

90 P: フタル酸の試験で得られたフタル酸の含量(%)

91 V: 0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

92 M: 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

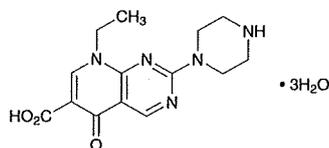
93 貯法 容器 気密容器。

1 ピペミド酸水和物

1 ピペミド酸水和物

2 Pipemidic Acid Hydrate

3 ピペミド酸三水和物



5  $C_{14}H_{17}N_5O_3 \cdot 3H_2O$  : 357.36

6 8-Ethyl-5-oxo-2-(piperazin-1-yl)-

7 5,8-dihydropyridido[2,3-d]pyrimidine-

8 6-carboxylic acid trihydrate

9 [51940-44-4, 無水物]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピペミド酸  
11 ( $C_{14}H_{17}N_5O_3$  : 303.32)98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は微黄色の結晶性の粉末である。

13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水又はエタノール(99.5)に  
14 極めて溶けにくく、メタノールにほとんど溶けない。

15 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 融点：約250℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品0.1gを水酸化ナトリウム試液20mLに溶かし、水  
20 を加えて200mLとする。この液1mLに水を加えて100mLと  
21 した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
22 ペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクト  
23 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに  
24 同様の強度の吸収を認める。

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

29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gをとり、水35mL及び水酸化  
31 ナトリウム試液10mLに溶かし、希硝酸15mLを加えてよく  
32 振り混ぜた後、ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する。ろ液  
33 30mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
34 れを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
35 0.30mLに水酸化ナトリウム試液5mL、希硝酸13.5mL及び  
36 水を加えて50mLとする(0.021%以下)。

37 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gをとり、水35mL及び水酸化  
38 ナトリウム試液10mLに溶かし、希塩酸15mLを加えてよく  
39 振り混ぜた後、ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する。ろ液  
40 30mLをとり、水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
41 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.50mLに水酸化ナト  
42 リウム試液5mL、希塩酸7.5mL及び水を加えて50mLとする  
43 (0.048%以下)。

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

47 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調

48 製し、試験を行う(2ppm以下)。

49 (5) 類縁物質 本品0.10gを薄めた酢酸(100)(1→20)10mL  
50 に溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、薄  
51 めた酢酸(100)(1→20)を加え、正確に200mLとし、標準溶液  
52 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
53 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
54 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  
55 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  
56 ノール/ギ酸/トリエチルアミン混液(25 : 15 : 5 : 1)を展  
57 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
58 に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た  
59 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  
60 り濃くない。

61 水分(2.48) 14.5~16.0%(20mg, 電量滴定法)。

62 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

63 定量法 本品約0.35gを精密に量り、酢酸(100)40mLに溶かし、  
64 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
65 方法で空試験を行い、補正する。

66 0.1mol/L過塩素酸1mL=30.33mg  $C_{14}H_{17}N_5O_3$

67 貯法

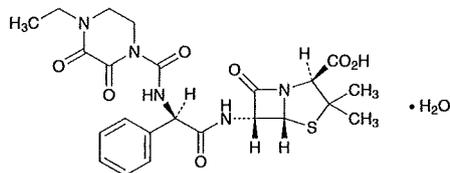
68 保存条件 遮光して保存する。

69 容器 密閉容器。

1 ピペラシリン水和物

1 ピペラシリン水和物

2 Piperacillin Hydrate



3  
4  $C_{23}H_{27}N_5O_7S \cdot H_2O$  : 535.57  
5 (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(4-Ethyl-2,3-dioxopiperazine-  
6 1-carbonyl)amino]-2-phenylacetyl-amino]-3,3-dimethyl-  
7 7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid  
8 monohydrate  
9 [66258-76-2]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり970～  
11 1020μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ピペラシリン  
12 ( $C_{23}H_{27}N_5O_7S$  : 517.55)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

14 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)又はジ  
15 メチルスルホキシドにやや溶けやすく、水に極めて溶けにく  
16 い。

17 確認試験

18 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭  
19 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
20 品の参照スペクトル又はピペラシリン標準品のスペクトルを  
21 比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様  
22 の強度の吸収を認める。

23 (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  
24 スルホキシド溶液(1→3)につき、核磁気共鳴スペクトル測定  
25 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  
26 クトル測定法 (2.21) により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ 1.1ppm付  
27 近に三重線のシグナルAを、δ 4.2ppm付近に単一線のシグ  
28 ナルBを、δ 7.4ppm付近に多重線のシグナルCを示し、各シ  
29 グナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 1 : 5である。

30 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +162～+172°(0.2g, メタノール,  
31 20mL, 100mm)。

32 純度試験

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

36 (2) 類縁物質1 試料溶液及び標準溶液は調製後、速やか  
37 に試験を行う。本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料溶  
38 液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確  
39 に200mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液(1)2mLを正確  
40 に量り、移動相を加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)とす  
41 る。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確  
42 にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により  
43 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  
44 により測定するとき、試料溶液のピペラシリンに対する相対  
45 保持時間約0.38及び約0.50のピークの合計面積は、標準溶液  
46 (2)のピペラシリンのピーク面積の2倍より大きくなく、試料

47 溶液のピペラシリンに対する相対保持時間約0.82及び約0.86  
48 のピークの合計面積は標準溶液(2)のピペラシリンのピーク  
49 面積より大きくなく、試料溶液のピペラシリン並びにピペラ  
50 シリンに対する相対保持時間約0.38, 約0.50, 約0.82及び  
51 0.86のピーク以外のピークの面積は、標準溶液(2)のピペラ  
52 シリンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のピペ  
53 ラシリン以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)のピペラ  
54 シリンのピーク面積より大きくない。

55 試験条件

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

58 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からピペラシリンの保  
59 持時間の約3倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認: 標準溶液(2)20μLから得たピペラシリンの  
62 ピーク面積が標準溶液(1)20μLから得たピペラシリン  
63 のピーク面積の15～25%になることを確認する。

64 システムの性能: 標準溶液(1)20μLにつき、上記の条件  
65 で操作するとき、ピペラシリンのピークの理論段数及  
66 びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以  
67 下である。

68 システムの再現性: 標準溶液(2)20μLにつき、上記の条  
69 件で試験を6回繰り返すとき、ピペラシリンのピーク  
70 面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

71 (3) 類縁物質2 本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料  
72 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
73 確に200mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液(1)2mLを正  
74 確に量り、移動相を加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)と  
75 する。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正  
76 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により  
77 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  
78 法により測定するとき、試料溶液のピペラシリンに対する相  
79 対保持時間約6.6のピーク面積は、標準溶液(2)のピペラシ  
80 リンのピーク面積の3倍より大きくなく、試料溶液のピペラシ  
81 リン及び上記以外のピークの面積は、標準溶液(2)のピペラ  
82 シリンのピーク面積の1.4倍より大きくない。また、試料溶  
83 液のピペラシリン以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)  
84 のピペラシリンのピーク面積より大きくない。ただし、ピペ  
85 ラシリンに対する相対保持時間約6.6のピーク面積は自動積  
86 分法で測定した面積に感度係数2.0を乗じた値とする。

87 試験条件

88 検出器, カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準  
89 用する。

90 移動相: 酢酸(100)60.1g及びトリエチルアミン101.0gを  
91 とり、水を加えて1000mLとする。この液25mLにア  
92 セトニトリル300mL及び希酢酸25mLを加え、更に水  
93 を加えて1000mLとする。

94 流量: ピペラシリンの保持時間が約1.2分になるように  
95 調整する。

96 面積測定範囲: ピペラシリンのピークの後からピペラシ  
97 リンの保持時間の約8倍の範囲

98 システム適合性

99 検出の確認: 標準溶液(2)20μLから得たピペラシリンの  
100 ピーク面積が標準溶液(1)20μLから得たピペラシリン

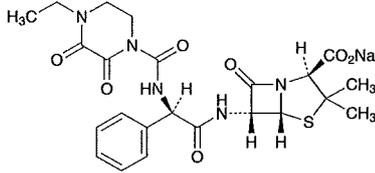
## 2 ピペラシリン水和物

- 101 のピーク面積の15~25%になることを確認する。
- 102 システムの性能：標準溶液(1)20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 103 で操作するとき、ピペラシリンのピークの理論段数及
- 104 びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、2.0以
- 105 下である。
- 106 システムの再現性：標準溶液(2)20 $\mu$ Lにつき、上記の条
- 107 件で試験を6回繰り返すとき、ピペラシリンのピーク
- 108 面積の相対標準偏差は4.0%以下である。
- 109 (4) 残留溶媒 (2.46) 本品10mgを正確に量り、内容量約
- 110 3mLのバイアル瓶に入れ、飽和炭酸水素ナトリウム溶液
- 111 1mLを正確に加えて溶かし、密栓をする。これを90°Cで10
- 112 分間加熱した後、容器内の気体を試料気体とする。別に酢酸
- 113 エチル1mLを正確に量り、水に溶かし、正確に200mLとす
- 114 る。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLと
- 115 する。この液2 $\mu$ Lを正確に量り、あらかじめ、飽和炭酸水素
- 116 ナトリウム溶液1mLを正確に量り、内容量約3mLのバイア
- 117 ル瓶に入れ、密栓をし、以下、試料と同様に操作を行い、標
- 118 準気体とする。試料気体及び標準気体0.5mLずつを正確にと
- 119 り、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験
- 120 を行う。それぞれの気体の酢酸エチルのピーク面積を自動積
- 121 分法により測定するとき、試料気体の酢酸エチルのピーク面
- 122 積は標準気体の酢酸エチルのピーク面積より大きくない。
- 123 試験条件
- 124 検出器：水素炎イオン化検出器
- 125 カラム：内径3mm、長さ1mのガラス管に125~150 $\mu$ m
- 126 のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニ
- 127 ルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085 $\mu$ m、300~
- 128 400m<sup>2</sup>/g)を充てんする。
- 129 カラム温度：145°C付近の一定温度
- 130 キャリヤーガス：窒素
- 131 流量：酢酸エチルの保持時間が約4分になるように調整
- 132 する。
- 133 システム適合性
- 134 システムの性能：内容量約3mLのバイアル瓶に飽和炭
- 135 酸水素ナトリウム溶液1mLをとり、これに酢酸エチ
- 136 ル溶液(1→400)及びアセトン溶液(1→400)2 $\mu$ Lずつを
- 137 加えて密栓をし、上記の条件で操作するとき、アセト
- 138 ン、酢酸エチルの順に流出し、その分離度は2.0以上
- 139 である。
- 140 システムの再現性：内容量約3mLのバイアル瓶に飽和
- 141 炭酸水素ナトリウム溶液1mLをとり、これに酢酸エ
- 142 チル溶液(1→400)2 $\mu$ Lを加えて密栓をし、上記の条件
- 143 で試験を行う。この操作を6回繰り返すとき、酢酸エ
- 144 チルのピーク面積の相対標準偏差は10%以下である。
- 145 水分 (2.48) 3.2~3.8%(0.5g、容量滴定法、直接滴定)。
- 146 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 147 エンドトキシン (4.01) 0.07EU/mg(力価)未満。
- 148 定量法 本品及びピペラシリン標準品約50mg(力価)に対応す
- 149 る量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に
- 150 50mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに内
- 151 標準溶液5mLずつを正確に加え、試料溶液及び標準溶液と
- 152 する。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体ク
- 153 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質の
- 154 ピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比 $H_1$ 及び
- 155  $H_2$ を求める。
- 156 ピペラシリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>S)の量[ $\mu$ g(力価)]
- 157  $= M_s \times H_1 / H_2 \times 1000$
- 158  $M_s$ ：ピペラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]
- 159 内標準溶液 アセトアニリドの移動相溶液(1→5000)
- 160 試験条件
- 161 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)
- 162 カラム：内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの
- 163 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ
- 164 カゲルを充てんする。
- 165 カラム温度：25°C付近の一定温度
- 166 移動相：酢酸(100)60.1g及びトリエチルアミン101.0gを
- 167 とり、水を加えて1000mLとする。この液25mLにア
- 168 セトニトリル210mL及び希酢酸25mLを加え、更に水
- 169 を加えて1000mLとする。
- 170 流量：ピペラシリンの保持時間が約5分になるように調
- 171 整する。
- 172 システム適合性
- 173 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 174 作するとき、内標準物質、ピペラシリンの順に溶出し、
- 175 その分離度は3以上である。
- 176 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 177 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さに
- 178 対するピペラシリンのピーク高さの比の相対標準偏差
- 179 は1.0%以下である。
- 180 貯法 容器 気密容器。

1 ピペラシリンナトリウム

1 ピペラシリンナトリウム

2 Piperacillin Sodium



3

4 C<sub>23</sub>H<sub>26</sub>N<sub>5</sub>NaO<sub>7</sub>S : 539.54

5 Monosodium(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-  
6 dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-phenylacetyl-amino]-  
7 3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-  
8 carboxylate  
9 [59703-84-3]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり  
11 863μg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、ピペラシ  
12 リン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>S : 517.55)としての量を質量(力価)で示す。  
13 性状 本品は白色の粉末又は塊である。

14 本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール  
15 (95)に溶けやすく、アセトニトリルにほとんど溶けない。

16 確認試験

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

21 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

22 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +175~+190°(脱水物に換算したも  
23 の0.8g, 水, 20mL, 100mm)。

24 pH(2.54) 本品1.0gを水4mLに溶かした液のpHは5.0~7.0  
25 である。

26 純度試験

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

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

32 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第4法により検液を調  
33 製し、試験を行う(1ppm以下)。

34 (4) 類縁物質 本品0.1gを移動相A 50mLに溶かし、試料  
35 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相Aを加えて正  
36 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
37 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
38 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
39 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の保持時間  
40 約7分のアンピシリンのピーク面積は標準溶液のピペラシ  
41 リンのピーク面積の1/2より大きくなく、保持時間約17分  
42 及び約21分の類縁物質1のピーク面積の和は標準溶液のピ  
43 ペラシリンのピーク面積の2倍より大きくなく、保持時間約  
44 56分の類縁物質2のピーク面積は標準溶液のピペラシリン  
45 のピーク面積より大きくない。また、ピペラシリン以外のピ  
46 ークの合計面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の5

47 倍より大きくない。ただし、アンピシリン、類縁物質1及び  
48 2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  
49 数1.39, 1.32及び1.11を乗じた値とする。

50 試験条件

51 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

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

55 カラム温度：25°C付近の一定温度

56 移動相A：水/アセトニトリル/0.2mol/Lリン酸二水素  
57 カリウム試液混液(45 : 4 : 1)

58 移動相B：アセトニトリル/水/0.2mol/Lリン酸二水素  
59 カリウム試液混液(25 : 24 : 1)

60 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
61 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 ~ 13	100 → 83	0 → 17
13 ~ 41	83	17
41 ~ 56	83 → 20	17 → 80
56 ~ 60	20	80

62 流量：毎分1.0mL。この条件でピペラシリンの保持時間  
63 は約33分である。

64 面積測定範囲：溶媒のピークの後から、ピペラシリンの  
65 保持時間の約1.8倍の範囲

66 システム適合性

67 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
68 操作するとき、ピペラシリンのピークの理論段数及び  
69 シンメトリー係数は、それぞれ15000段以上、1.5以  
70 下である。

71 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
72 で試験を3回繰り返すとき、ピペラシリンのピーク面  
73 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

74 水分(2.48) 1.0%以下(3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

75 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  
76 かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、内  
77 標準溶液5mLを正確に加え、試料溶液とする。別に、ピペ  
78 ラシリン標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、移  
79 動相に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に  
80 量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準溶液とする。試  
81 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  
82 ラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク高  
83 さに対するピペラシリンのピーク高さの比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め  
84 る。

85 ピペラシリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>S)の量[μg(力価)]

$$86 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

87  $M_S$  : ピペラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

88 内標準溶液 アセトアニリドの移動相溶液(1→5000)

89 試験条件

90 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

91 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm

## 2 ピペラシリンナトリウム

- 92           の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
93           リカゲルを充てんする。
- 94           カラム温度：25℃付近の一定温度
- 95           移動相：酢酸(100)60.1g及びトリエチルアミン101.0gを  
96           とり、水を加えて正確に1000mLとする。この液  
97           25mLに希酢酸25mL及びアセトニトリル210mLを加  
98           え、更に水を加えて正確に1000mLとする。
- 99           流量：ピペラシリンの保持時間が約5分になるように調  
100          整する。
- 101       システム適合性
- 102          システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
103          作するとき、内標準物質、ピペラシリンの順に溶出し、  
104          その分離度は3以上である。
- 105          システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
106          試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さに  
107          対するピペラシリンのピーク高さの比の相対標準偏差  
108          は1.0%以下である。
- 109   貯法   容器   密封容器。

1 注射用ピペラシリンナトリウム

1 注射用ピペラシリンナトリウム

2 Piperacillin Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0~107.0%に  
5 対応するピペラシリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>S : 517.55)を含む。

6 製法 本品は「ピペラシリンナトリウム」をとり、注射剤の製  
7 法により製する。

8 性状 本品は白色の粉末又は塊である。

9 確認試験 「ピペラシリンナトリウム」の確認試験を準用する。

10 pH (2.54) 本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウ  
11 ム」1.0g(力価)に対応する量を水4mLに溶かした液のpHは  
12 5.0~7.0である。

13 純度試験

14 (1) 溶状 本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウ  
15 ム」4.0g(力価)に対応する量を水17mLに溶かすとき、液は  
16 無色澄明である。

17 (2) 類縁物質 「ピペラシリンナトリウム」の純度試験  
18 (4)を準用する。

19 水分 (2.48) 1.0%以下(3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

20 エンドトキシン (4.01) 0.04EU/mg(力価)未満。

21 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

22 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

23 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

26 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
27 「ピペラシリンナトリウム」約20mg(力価)に対応する量を  
28 精密に量り、水に溶かし、正確に20mLとする。この液5mL  
29 を正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、試料溶液と  
30 する。別にピペラシリン標準品約20mg(力価)に対応する量  
31 を精密に量り、移動相に溶かし、正確に20mLとする。この  
32 液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準  
33 溶液とする。以下「ピペラシリンナトリウム」の定量法を準  
34 用する。

35 ピペラシリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>S)の量[mg(力価)]

$$36 = M_s \times Q_r / Q_s$$

37  $M_s$  : ピペラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

38 内標準溶液 アセトアニリドの移動相溶液(1→5000)

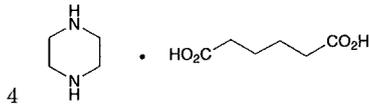
39 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容  
40 器を使用することができる。

1 ピペラジンアジピン酸塩

1 ピペラジンアジピン酸塩

2 Piperazine Adipate

3 アジピン酸ピペラジン



5  $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$  : 232.28

6 Piperazine hexanedioate

7 [142-88-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ピペラジンアジピン  
9 酸塩( $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$ )98.5%以上を含む。

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

12 本品は水又は酢酸(100)にやや溶けやすく、エタノール  
13 (95)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 融点：約250°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品0.5gを水10mLに溶かし、塩酸1mLを加えてジエ  
17 チルエーテル20mLずつで2回抽出する。ジエチルエーテル  
18 抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を105°Cで1  
19 時間乾燥するとき、その融点(2.60)は152~155°Cである。

20 (2) 本品の水溶液(1→100)3mLにライネッケ塩試液3滴を  
21 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

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

26 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0~  
27 6.0である。

28 純度試験

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

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

34 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

35 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

36 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、非水滴定用  
37 酢酸20mL及び非水滴定用アセトン40mLを加えて溶かし、  
38 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬：プロモクレゾ  
39 ールグリーン・クリスタルバイオレット試液6滴)。ただし、滴  
40 定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする。同様の  
41 方法で空試験を行い、補正する。

42 0.1mol/L過塩素酸1mL=11.61mg  $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$

43 貯法 容器 密閉容器。

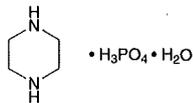
1 ピペラジンリン酸塩水和物

1 ピペラジンリン酸塩水和物

2 Piperazine Phosphate Hydrate

3 ピペラジンリン酸塩

4 リン酸ピペラジン



6  $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$  : 202.15

7 Piperazine monophosphate monohydrate

8 [18534-18-4]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピペラジン  
10 リン酸塩( $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$  : 184.13)98.5%以上を含む。

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

13 本品はギ酸にやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、酢酸  
14 (100)に極めて溶けにくく、メタノール、エタノール(95)又  
15 はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品は希塩酸に溶ける。

17 融点：約222℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→100)3mLにライネッケ塩試液3滴を  
20 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→100)はリン酸塩の定性反応(1.09)  
26 の(1)及び(3)を呈する。

27 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0~  
28 6.5である。

29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gに希硝酸6mL及び水を加え  
31 て溶かし、50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
32 較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.018%以下)。

33 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、希塩酸5mL、水  
34 30mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試  
35 液を加え、pHを3.3に調整し、更に水を加えて50mLとする。  
36 これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを  
37 加える(10ppm以下)。

38 (3) ヒ素(1.11) 本品2.0gを希塩酸5mLに溶かし、これ  
39 を検液とし、試験を行う(1ppm以下)。

40 (4) 類縁物質 本品50mgを水10mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
42 100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
43 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
44 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を  
45 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  
46 ンモニア水(28)/アセトン/エタノール(99.5)混液(8:3:  
47 3:2)を展開溶媒として約13cm展開した後、薄層板を風乾す  
48 る。これに4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液を均

49 等に噴霧した後、15分間放置するとき、試料溶液から得た  
50 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  
51 から得たスポットより濃くない。

52 水分(2.48) 8.0~9.5%(0.3g、容量滴定法、直接滴定)。

53 定量法 本品約0.15gを精密に量り、ギ酸10mLに溶かし、酢  
54 酸(100)60mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
55 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

56 0.1mol/L過塩素酸1mL=9.207mg  $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$

57 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ピペラジンリン酸塩錠

## 1 ピペラジンリン酸塩錠

2 Piperazine Phosphate Tablets

3 リン酸ピペラジン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 ピペラジンリン酸塩水和物( $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$  :  
6 202.15)を含む。

7 製法 本品は「ピペラジンリン酸塩水和物」をとり、錠剤の製  
8 法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ピペラジンリン酸  
10 塩水和物」0.1gに対応する量をとり、水10mLを加え、10分  
11 間加温しながら振り混ぜた後、放冷し、ろ過する。ろ液  
12 3mLにライネッケ塩試液3滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を  
13 生じる。

14 崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。ただし、試験時  
15 間は10分間とする。

16 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
17 とする。ピペラジンリン酸塩水和物( $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot$   
18  $H_2O$ )約0.15gに対応する量を精密に量り、ギ酸5mLを加えて  
19 5分間振り混ぜた後、遠心分離して上澄液をとる。残留物に  
20 ギ酸5mLを加えて5分間振り混ぜ、再び遠心分離して上澄液  
21 をとる。更に酢酸(100)5mLを用いて同じ操作を2回繰り返  
22 し、全上澄液を合わせ、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L  
23 過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空  
24 試験を行い、補正する。

25  $0.1\text{mol/L}$ 過塩素酸1mL=10.11mg  $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$

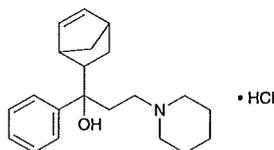
26 貯法 容器 気密容器。

1 ビペリデン塩酸塩

1 ビペリデン塩酸塩

2 Biperiden Hydrochloride

3 塩酸ビペリデン



5  $C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$  : 347.92

6 1-(Bicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-yl)-1-phenyl-3-(piperidin-1-

7 yl)propan-1-ol monohydrochloride

8 [1235-82-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ビペリデン塩酸塩  
10 ( $C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～帯褐黄白色の結晶性の粉末である。

12 本品はギ酸に溶けやすく、水、メタノール又はエタノール  
13 (95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 融点：約270°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品0.02gをリン酸5mLに溶かすとき、液は緑色を呈  
17 する。

18 (2) 本品0.01gに水5mLを加え、加熱して溶かし、冷後、  
19 臭素試液5～6滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

20 (3) 本品の水溶液(1→2000)につき、紫外可視吸光度測定  
21 法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
22 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
23 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 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  
26 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
27 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

28 (5) 本品0.02gに水10mLを加え、加熱して溶かし、冷却  
29 した液は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

30 純度試験

31 (1) 酸又はアルカリ 本品1.0gに水50mLを加え、激しく  
32 振り混ぜた後、ろ過し、ろ液20mLにメチルレッド試液1滴  
33 を加えるとき、液は赤色又は黄色を呈しない。

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

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

39 (4) 類縁物質 本品0.10gをとり、メタノール20mLに溶  
40 かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノ  
41 ールを加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これら  
42 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
43 行う。試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラ  
44 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。  
45 次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水(28)混液  
46 (80 : 15 : 2)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
47 風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧

48 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、  
49 標準溶液から得たスポットより濃くない。

50 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、ギ酸5mL  
53 に溶かし、無水酢酸60mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定  
54 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
55 正する。

56 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.79mg  $C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$

57 貯法

58 保存条件 遮光して保存する。

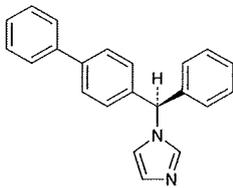
59 容器 密閉容器。

1 ビホナゾール

1 ビホナゾール

2 Bifonazole

3 ビフォナゾール



及び鏡像異性体

5  $C_{22}H_{18}N_2$  : 310.39

6 1-[(*RS*)-(Biphenyl-4-yl)(phenyl)methyl]-1*H*-imidazole

7 [60628-96-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ビホナゾール  
9 ( $C_{22}H_{18}N_2$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～微黄色の粉末で、におい及び味はない。

11 本品はジクロロメタンに溶けやすく、メタノールにやや溶  
12 けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、ジエチルエー  
13 テルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

15 確認試験

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

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

25 融点 (2.60) 147～151°C

26 純度試験

27 (1) 塩化物 (1.03) 本品2.0gに水40mLを加え、5分間加  
28 温し、冷後、ろ過する。ろ液10mLをとり、希硝酸6mL及び  
29 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
30 較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

31 (2) 硫酸塩 (1.14) (1)のろ液10mLをとり、希塩酸1mL  
32 及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
33 比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)。

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

37 (4) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
38 て行う。本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液  
39 とする。この液3mLを正確に量り、メタノールを加えて正  
40 確に100mLとする。この液25mL及び5mLを正確に量り、  
41 それぞれメタノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液(1)  
42 及び(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィ  
43 ー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lず  
44 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用  
45 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  
46 モニア水(28)混液(49 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した

47 後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射  
48 するとき、試料溶液から得たR<sub>f</sub>値約0.20のスポットは、標  
49 準溶液(1)のスポットより濃くない。また、試料溶液から得  
50 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  
51 液(2)から得たスポットより濃くない。

52 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 2時  
53 間)。

54 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、ジクロ  
56 ロメタンに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に  
57 量り、共栓三角フラスコに入れ、水10mL, 希硫酸5mL及び  
58 ジクロロメタン25mLを加え、更に指示薬としてメチルエロ  
59 ーのジクロロメタン溶液(1→500)2～3滴を加え、強く振り  
60 混ぜながら0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液で、最小目  
61 盛0.02mLのビュレットを用いて滴定 (2.50) する。ただし、  
62 滴定の終点は0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液を滴加し  
63 て強く振り混ぜ、しばらく放置するとき、ジクロロメタン層  
64 の黄色がだいたい赤色になるときとする。

65 0.01mol/Lラウリル硫酸ナトリウム液1mL  
66 = 3.104mg  $C_{22}H_{18}N_2$

67 貯法

68 保存条件 遮光して保存する。

69 容器 気密容器。

1 ヒマシ油

1 ヒマシ油

2 Castor Oil

3 OLEUM RICINI

4 本品はトウゴマ *Ricinus communis* Linné

5 (*Euphorbiaceae*)の種子を压榨して得た脂肪油である。

6 性状 本品は無色～微黄色澄明の粘性の油で、わずかに特異な

7 においがあり、味は初め緩和で、後にわずかにえぐい。

8 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。

9 本品はエタノール(95)に溶けやすく、水にほとんど溶けな  
10 い。

11 本品は0℃に冷却するとき、粘性を増し、徐々に混濁する。

12 確認試験 本品3gに水酸化カリウム1gを加え、注意して加熱

13 融解するとき、特異なにおいを発する。この融解物に水

14 30mLを加えて溶かした後、過量の酸化マグネシウムを加え

15 てろ過し、ろ液に塩酸を加えて酸性にすると、白色の結晶

16 を析出する。

17 比重 (1.13)  $d_{25}^{25}$ : 0.953～0.965

18 酸価 (1.13) 1.5以下。

19 けん化価 (1.13) 176～187

20 水酸基価 (1.13) 155～177

21 ヨウ素価 (1.13) 80～90

22 純度試験 偽和物 本品1.0gにエタノール(95)4.0mLを加えて

23 振り混ぜるとき、澄明に溶け、エタノール(95)15mLを追加

24 するとき、液は混濁しない。

25 貯法 容器 気密容器。

1 加香ヒマシ油

1 加香ヒマシ油

2 Aromatic Castor Oil

3 製法

ヒマシ油	990mL
オレンジ油	5mL
ハッカ油	5mL
全量	1000mL

4 以上をとり、混和して製する。

5 性状 本品は無色～類黄色澄明の濃稠な液で、芳香がある。

6 確認試験 本品3gに水酸化カリウム1gを加え、注意して加熱

7 融解するとき、特異なにおいを発する。この融解物を水

8 30mLに溶かした後、過量の酸化マグネシウムを加えて過

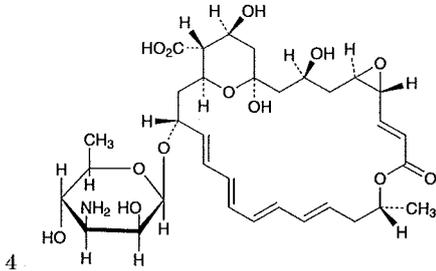
9 し、ろ液に塩酸を加えて酸性にすると、白色の結晶を析出

10 する。

11 貯法 容器 気密容器。

1 ピマリシン

- 1 ピマリシン
- 2 Pimaricin
- 3 ナタマイシン



5 C<sub>33</sub>H<sub>47</sub>NO<sub>13</sub> : 665.73  
 6 (1R\*,3S\*,5R\*,7R\*,8E,12R\*,14E,16E,18E,20E,22R\*,  
 7 24S\*,25R\*,26S\*)-22-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-  
 8 mannopyranosyloxy)-1,3,26-trihydroxy-12-methyl-10-oxo-  
 9 6,11,28-trioxatricyclo[22.3.1.0<sup>5,7</sup>]octacosane-8,14,16,18,20-  
 10 pentaene-25-carboxylic acid  
 11 [7681-93-8]

12 本品は、*Streptomyces natalensis*の培養によって得られ  
 13 る抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物であ  
 14 る。

15 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり900～  
 16 1020μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ピマリシン  
 17 (C<sub>33</sub>H<sub>47</sub>NO<sub>13</sub>)としての量を質量(力価)で示す。

18 性状 本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である。

19 本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けにくく、水又はエ  
 20 タノール(99.5)にほとんど溶けない。

21 確認試験

22 (1) 本品3mgに塩酸1mLを加えて振り混ぜるとき、液は  
 23 青紫色を呈する。

24 (2) 本品5mgを酢酸(100)のメタノール溶液(1→100)に溶  
 25 かし、1000mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定  
 26 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  
 27 と本品の参照スペクトル又はピマリシン標準品について同  
 28 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  
 29 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。

30 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +243～+259°(0.1g, 酢酸(100),  
 31 25mL, 100mm)。

32 純度試験

33 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
 34 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
 35 下)。

36 (2) 類縁物質 本品20mgをとり、メタノールに溶かして  
 37 100mLとし、試料溶液とする。試料溶液10μLにつき、次の  
 38 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
 39 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  
 40 法によりピマリシン以外の物質の量を求めるとき、その合計  
 41 は4.0%以下である。

42 試験条件

43 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 303nm)  
 44 カラム : 内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に

45 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
 46 ル化シリカゲルを充てんする。

47 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

48 移動相 : 酢酸アンモニウム1.0gを水/メタノール/テト  
 49 ラヒドロフラン混液(47 : 44 : 2)1000mLに溶かす。

50 流量 : ピマリシンの保持時間が約10分になるように調  
 51 整する。

52 面積測定範囲 : ピマリシンの保持時間の約3倍の範囲

53 システム適合性

54 検出の確認 : 試料溶液1mLを正確に量り、メタノール  
 55 を加えて正確に100mLとし、システム適合性試験用  
 56 溶液とする。システム適合性試験用溶液1mLを正確  
 57 に量り、メタノールを加えて正確に10mLとする。こ  
 58 の液10μLから得たピマリシンのピーク面積が、シス  
 59 テム適合性試験用溶液のピマリシンのピーク面積の7  
 60 ～13%になることを確認する。

61 システムの性能 : システム適合性試験用溶液10μLにつ  
 62 き、上記の条件で操作するとき、ピマリシンのピーク  
 63 の理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ1500段  
 64 以上、2.0以下である。

65 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液10μLに  
 66 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ピマリ  
 67 シンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

68 水分(2.48) 6.0～9.0%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

69 定量法 本品及びピマリシン標準品約25mg(力価)に対応する  
 70 量を精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に  
 71 100mLとする。この液2mLずつを正確に量り、それぞれに  
 72 酢酸(100)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に100mL  
 73 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  
 74 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
 75 波長295.5nm, 303nm及び311nmにおける吸光度A<sub>T1</sub>, A<sub>S1</sub>,  
 76 A<sub>T2</sub>, A<sub>S2</sub>, A<sub>T3</sub>及びA<sub>S3</sub>を測定する。

77 ピマリシン(C<sub>33</sub>H<sub>47</sub>NO<sub>13</sub>)の量[μg(力価)]

$$78 = M_s \times \frac{A_{T2} - \frac{A_{T1} + A_{T3}}{2}}{A_{S2} - \frac{A_{S1} + A_{S3}}{2}} \times 1000$$

79 M<sub>s</sub> : ピマリシン標準品の秤取量[mg(力価)]

80 貯法

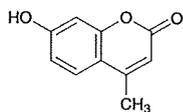
81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 気密容器。

1 ヒメクロモン

1 ヒメクロモン

2 Hymecromone



4  $C_{10}H_8O_3$  : 176.17

5 7-Hydroxy-4-methylchromen-2-one

6 [90-33-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ヒメクロモン  
8 ( $C_{10}H_8O_3$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味は  
10 ない。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノール(95)、エタノール(99.5)又はアセトンにやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品2mgをpH11.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLに溶かすとき、液は強い青紫色の蛍光を発する。

16 (2) 本品25mgを薄めたエタノール(1→2)5mLに溶かし、塩化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は初め黒褐色を呈し、放置するとき黄褐色に変わる。

17 (3) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→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。

18 (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。

29 融点(2.60) 187~191°C

30 純度試験

31 (1) 塩化物(1.03) 本品0.8gをアセトン/水混液(2:1)40mLに溶かし、希硝酸6mL及びアセトン/水混液(2:1)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に希硝酸6mL及びアセトン/水混液(2:1)を加えて50mLとする(0.011%以下)。

32 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.8gをアセトン/水混液(2:1)40mLに溶かし、希塩酸1mL及びアセトン/水混液(2:1)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に希塩酸1mL及びアセトン/水混液(2:1)を加えて50mLとする(0.024%以下)。

33 (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)。

34 (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)。

35 (5) 類縁物質 本品80mg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50mLとする。この液1mLを正確に量り、エ

49 タノール(95)を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。  
50 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
51 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマ  
52 トグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット  
53 する。次にクロロホルム/エタノール(95)混液(10:1)を  
54 展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。こ  
55 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  
56 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  
57 り濃くない。

58 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

59 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、*N,N*-ジ  
61 メチルホルムアミド90mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチル  
62 アンモニウムヒドロキシド液で滴定(2.50)する(電位差測定  
63 法)。別に*N,N*-ジメチルホルムアミド90mLに水14mLを加  
64 えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

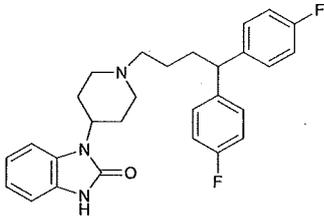
65 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
66 =17.62mg  $C_{10}H_8O_3$

67 貯法 容器 気密容器。

1 ピモジド

1 ピモジド

2 Pimozide



3

4  $C_{28}H_{29}F_2N_3O$  : 461.55

5 1-{1-[4,4-Bis(4-fluorophenyl)butyl]piperidin-4-yl}-

6 1,3-dihydro-2H-benzimidazol-2-one

7 [2062-78-4]

8 本品は定量するとき、ピモジド( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ )98.5～  
9 101.0%を含む。

10 性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品のメタノール溶液(1→25000)につき、紫外可視  
15 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
16 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
17 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。  
18

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

23 融点(2.60) 216～220°C

24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
26 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える。ただし、  
27 硫酸は5mLを用いる(10ppm以下)。

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

30 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
31 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
32 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
33 標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
34 グラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々  
35 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  
36 ピモジド以外のピークの面積は、標準溶液のピモジドのピー  
37 ク面積より大きくない。また、試料溶液のピモジド以外のピー  
38 クの合計面積は、標準溶液のピモジドのピーク面積の1.5  
39 倍より大きくない。

40 試験条件

41 検出器：紫外可視吸光度計(測定波長：280nm)

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

45 カラム温度：25°C付近の一定温度

46 移動相A：酢酸アンモニウム2.5g及び硫酸水素テトラブ  
47 チルアンモニウム8.5gを水に溶かし、1000mLとする。

48 移動相B：アセトニトリル

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～10	80→70	20→30
10～15	70	30

51 流量：毎分2.0mL

52 面積測定範囲：ピモジドの保持時間の1.5倍の範囲

53 システム適合性

54 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
55 を加えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得た  
56 ピモジドのピーク面積が、標準溶液のピモジドのピー  
57 ク面積の8～12%になることを確認する。

58 システムの性能：本品5mg及びメベンダゾール2mgをメ  
59 タノールに溶かし、100mLとする。この液10 $\mu$ Lにつ  
60 き、上記の条件で操作するとき、メベンダゾール、ピ  
61 モジドの順に溶出し、その分離度は5以上である。

62 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
63 で試験を6回繰り返すとき、ピモジドのピーク面積の  
64 相対標準偏差は2.0%以下である。

65 (4) 残留溶媒 別に規定する。

66 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

67 強熱残渣(2.44) 0.1%以下(1g)。

68 定量法 本品を乾燥し、その約70mgを精密に量り、非水滴定  
69 用酢酸25mLに溶かし、0.02mol/L過塩素酸で滴定(2.50)す  
70 る(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。同様の方法  
71 で空試験を行い、補正する。

72 0.02mol/L過塩素酸1mL=9.231mg  $C_{28}H_{29}F_2N_3O$

73 貯法 容器 密閉容器。

1 沈降精製百日せきワクチン

1 沈降精製百日せきワクチン

2 Adsorbed Purified Pertussis Vaccine

3 本品は百日せき菌の防御抗原を含む液にアルミニウム塩を

4 加えて不溶性とした液状の注射剤である。

5 本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきワクチンの条

6 に適合する。

7 性状 本品は振り混ぜるとき、均等に白濁する。

1 沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン

1 沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合  
2 ワクチン

3 Adsorbed Diphtheria-Purified Pertussis-Tetanus Combined Vaccine

4 本品は百日せき菌の防御抗原を含む液及び「ジフテリアト  
5 キソイド」並びに破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免  
6 疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得た破傷風ト  
7 キソイドを含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液  
8 状の注射剤である。

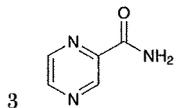
9 本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきジフテリア破  
10 傷風混合ワクチンの条に適合する。

11 性状 本品は振り混ぜるとき、均等に白濁する。

1 ピラジナミド

1 ピラジナミド

2 Pyrazinamide



4  $C_5H_5N_3O$  : 123.11

5 Pyrazine-2-carboxamide

6 [98-96-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ピラジナミド  
8 ( $C_5H_5N_3O$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール  
11 (99.5)又は無水酢酸に溶けにくい。

12 確認試験

13 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫  
14 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
15 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
16 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
17 認める。

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

22 融点(2.60) 188~193°C

23 純度試験

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

27 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
28 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
29 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
30 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
31 試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマトグラフィー  
32 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  
33 トする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(3:1:1)  
34 を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
35 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
36 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  
37 トより濃くない。

38 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

39 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

40 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、無水酢酸  
41 50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
42 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

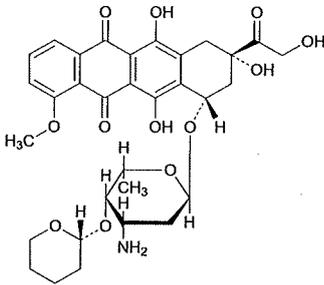
43 0.1mol/L過塩素酸1mL=12.31mg  $C_5H_5N_3O$

44 貯法 容器 密閉容器。

1 ピラルビシン

1 ピラルビシン

2 Pirarubicin



3

4  $C_{32}H_{37}NO_{12}$  : 627.64  
 5 (2*S*,4*S*)-4-{3-Amino-2,3,6-trideoxy-4-*O*-[(2*R*)-3,4,5,6-  
 6 tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]- $\alpha$ -*L*-lyxo-hexopyranosyloxy}-  
 7 2,5,12-trihydroxy-2-hydroxyacetyl-7-methoxy-1,2,3,4-  
 8 tetrahydrotetracycane-6,11-dione  
 9 [72496-41-4]

10 本品は、ダウノルビシンの誘導体である。  
 11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり  
 12 950 $\mu$ g(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、ピラルビ  
 13 シン( $C_{32}H_{37}NO_{12}$ )としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は赤だいたい色の結晶性の粉末である。  
 15 本品はクロロホルムにやや溶けやすく、アセトニトリル、  
 16 メタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水に  
 17 ほとんど溶けない。

18 確認試験

19 (1) 本品10mgをメタノール80mL及び薄めた塩酸(1→  
 20 5000)6mLに溶かし、水を加えて100mLとする。この液  
 21 10mLをとり、薄めたメタノール(4→5)を加えて100mLとし  
 22 た液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
 23 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  
 24 又はピラルビシン標準品について同様に操作して得られたス  
 25 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のと  
 26 ころに同様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品及びピラルビシン標準品5mgずつをクロロホルム  
 28 5mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液  
 29 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
 30 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
 31 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  
 32 ロロホルム/メタノール混液(5:1)を展開溶媒として約  
 33 10cm展開した後、薄層板を風乾するとき、試料溶液から得  
 34 た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤だいたい色  
 35 を呈し、それらのR値は等しい。

36 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +195~+215°(10mg, クロロホル  
 37 ム, 10mL, 100mm)。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品10mgを0.01mol/L塩酸試液10mLに溶かす  
 40 とき、液は赤色澄明である。

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

44 (3) 類縁物質 本品10mgを移動相20mLに溶かし、試料  
 45 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
 46 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
 47 20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフイ  
 48 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
 49 面積を自動積分法により測定するとき、ピラルビシンのピー  
 50 クに対する相対保持時間約0.45のドキシソルビシン及び相対保  
 51 持時間約1.2のピークのピーク面積はそれぞれ標準溶液のピ  
 52 ラルビシンのピーク面積より大きくなく、ピラルビシンのピー  
 53 クに対する相対保持時間約1.9及び相対保持時間約2.0のピー  
 54 クの合計面積は、標準溶液のピラルビシンのピーク面積の  
 55 5倍より大きくない。ただし、ドキシソルビシンのピーク面積  
 56 は感度係数0.94を乗じた値とし、相対保持時間約1.9及び相  
 57 対保持時間約2.0のピーク面積は感度係数1.09を乗じた値と  
 58 する。

59 試験条件

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

62 面積測定範囲：ピラルビシンの保持時間の約4倍の範囲  
 63 システム適合性

64 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  
 65 ム適合性を準用する。

66 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
 67 えて正確に10mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たピラ  
 68 ルビシンのピーク面積が、標準溶液のピラルビシンの  
 69 ピーク面積の14~26%になることを確認する。

70 水分(2.48) 2.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

71 定量法 本品及びピラルビシン標準品約10mg(力価)に対応す  
 72 る量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に  
 73 10mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに内  
 74 標準溶液5mLを正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。  
 75 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
 76 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
 77 ク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を  
 78 求める。

79 ピラルビシン( $C_{32}H_{37}NO_{12}$ )の量[ $\mu$ g(力価)]  
 80  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

81  $M_S$  : ピラルビシン標準品の秤取量[mg(力価)]

82 内標準溶液 2-ナフトールの移動相溶液(1→1000)

83 試験条件

84 検出器：紫外吸光度計(波長：254nm)

85 カラム：内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
 86 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
 87 カゲルを充てんする。

88 カラム温度：25℃付近の一定温度

89 移動相：pH4.0の0.05mol/Lギ酸アンモニウム緩衝液/  
 90 アセトニトリル混液(3:2)

91 流量：ピラルビシンの保持時間が約7分になるように調  
 92 整する。

93 システム適合性

94 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
 95 操作するとき、ピラルビシン、内標準物質の順に溶出

## 2 ビラルビシン

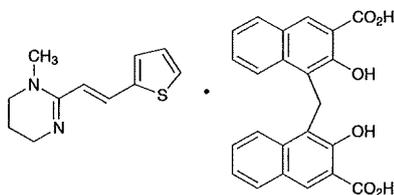
- 96 し、その分離度は9以上である。
- 97 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 98 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 99 に対するビラルビシンのピーク面積の比の相対標準偏
- 100 差は1.0%以下である。
- 101 貯法 容器 密封容器。

# 1 ピランテルパモ酸塩

## 1 ピランテルパモ酸塩

2 Pyrantel Pamoate

3 パモ酸ピランテル



5  $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$  : 594.68

6 1-Methyl-2-[(E)-2-(thien-2-yl)vinyl]-1,4,5,6-  
7 tetrahydropyrimidine mono[4,4'-methylenebis(3-  
8 hydroxy-2-naphthoate)](1/1)  
9 [22204-24-6]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ピランテルパモ酸塩  
11 ( $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は淡黄色～黄色の結晶性の粉末で、におい及び味は  
13 ない。

14 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく、メ  
15 タノール又はエタノール(95)に極めて溶けにくく、水、酢酸  
16 エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 融点：256～264℃(分解)。

### 18 確認試験

19 (1) 本品0.05gにメタノール10mL及び塩酸/メタノール  
20 混液(1:1)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき、黄色の沈殿  
21 を生じる。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする[沈殿物  
22 は(2)の試験に用いる]。試料溶液0.5mLに2,3-インドリンジ  
23 オン硫酸溶液(1→1000)1mLを加えるとき、液は赤色を呈  
24 する。

25 (2) (1)で得た沈殿物を取り、メタノールで洗った後、  
26 105℃で1時間乾燥する。この0.01gを取り、メタノール  
27 10mLを加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLに塩化鉄  
28 (III)試液1滴を加えるとき、液は緑色を呈する。

29 (3) 本品0.1gを*N,N*-ジメチルホルムアミド50mLに溶か  
30 し、メタノールを加えて200mLとする。この液2mLを取り、  
31 塩酸のメタノール溶液(9→1000)を加えて100mLとする。こ  
32 の液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
33 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  
34 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  
35 様の強度の吸収を認める。

36 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
37 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  
38 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
39 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

### 40 純度試験

41 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gを取り、希硝酸10mL及び水  
42 40mLを加えて水浴上で5分間振り混ぜながら加熱し、冷後、  
43 水を加えて50mLとし、ろ過する。ろ液20mLを取り、希硝  
44 酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験  
45 を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.036%  
46 以下)。

47 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.75gをとり、希塩酸5mL及び水  
48 を加えて100mLとし、水浴上で5分間振り混ぜながら加熱し、  
49 冷後、水を加えて100mLとし、ろ過する。ろ液20mLをとり、  
50 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
51 較液には0.005mol/L硫酸0.45mLを加える(0.144%以下)。

52 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
53 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
54 下)。

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

57 (5) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
58 て行う。本品0.10gを*N,N*-ジメチルホルムアミド10mLに  
59 溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、*N,N*-  
60 ジメチルホルムアミドを加えて正確に100mLとし、標準  
61 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
62 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
63 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  
64 て調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/酢  
65 酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
66 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
67 とき、試料溶液から得たピランテル及びパモ酸のスポット以  
68 外のスポットは、標準溶液から得たピランテルのスポット  
69 ( $R_f$ 値約0.3)より濃くない。

70 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 2時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.3%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、クロロホル  
73 ム25mL及び水酸化ナトリウム試液25mLを加えて15分間振  
74 り混ぜて抽出する。更にクロロホルム25mLずつで同様に2  
75 回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸  
76 ナトリウム5gをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽  
77 出液を合わせ、酢酸(100)30mLを加え、0.1mol/L過塩素酸  
78 で滴定(2.50)する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2  
79 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

80 0.1mol/L過塩素酸1mL=59.47mg  $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$

81 貯法 容器 気密容器。

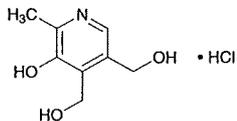
# 1 ピリドキシン塩酸塩

## 1 ピリドキシン塩酸塩

2 Pyridoxine Hydrochloride

3 塩酸ピリドキシン

4 ビタミンB<sub>6</sub>



6 C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub> · HCl : 205.64

7 4,5-Bis(hydroxymethyl)-2-methylpyridin-3-ol

8 monohydrochloride

9 [58-56-0]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ピリドキシン塩酸塩  
11 (C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub> · HCl)98.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

13 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくく、

14 無水酢酸、酢酸(100)にほとんど溶けない。

15 本品は光によって徐々に変化する。

16 融点：約206°C(分解)。

### 17 確認試験

18 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫  
19 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピリドキシ  
21 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  
22 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところと同様  
23 の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 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  
26 本品の参照スペクトル又は乾燥したピリドキシン塩酸塩標準  
27 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  
28 数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
30 する。

31 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは2.5~  
32 3.5である。

### 33 純度試験

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

36 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
38 下)。

39 (3) 類縁物質 本品1.0gを水10mLに溶かし、試料溶液と  
40 する。この液2.5mLを正確に量り、水を加えて正確に  
41 100mLとする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確  
42 に10mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
43 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
44 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  
45 用いて調製した薄層板にスポットする。風乾後、アセトン/  
46 テトラヒドロフラン/ヘキサン/アンモニア水(28)混液  
47 (65:13:13:9)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
48 層板を風乾する。これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール

49 (3→10)溶液(1→20)を均等に噴霧した後、風乾し、更に2,6  
50 -ジブromo-N-クロロ-1,4-ベンゾキノモノイミンの  
51 エタノール(99.5)溶液(1→1000)を均等に噴霧した後、風乾  
52 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、  
53 標準溶液から得たスポットより濃くない。

54 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

55 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸  
57 (100)5mL及び無水酢酸5mLを加え、穏やかに煮沸して溶か  
58 す。冷後、無水酢酸30mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定  
59 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
60 正する。

61 0.1mol/L過塩素酸1mL=20.56mg C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub> · HCl

### 62 貯法

63 保存条件 遮光して保存する。

64 容器 気密容器。

# 1 ピリドキシリン塩酸塩注射液

## 1 ピリドキシリン塩酸塩注射液

2 Pyridoxine Hydrochloride Injection

3 塩酸ピリドキシリン注射液

4 ビタミンB<sub>6</sub>注射液

5 本品は水性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

7 ピリドキシリン塩酸塩(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>・HCl:205.64)を含む。

8 製法 本品は「ピリドキシリン塩酸塩」をとり、注射剤の製法に  
9 より製する。

10 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

11 本品は光によって徐々に変化する。

12 pH:3.0～6.0

13 確認試験

14 (1) 本品の表示量に従い「ピリドキシリン塩酸塩」0.05gに  
15 対応する容量をとり、0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLと  
16 する。この液2mLに、0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLと  
17 した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
18 ペクトルを測定するとき、波長288～292nmに吸収の極大を  
19 示す。

20 (2) 本品の表示量に従い「ピリドキシリン塩酸塩」0.01gに  
21 対応する容量をとり、水を加えて10mLとし、試料溶液とす  
22 る。別にピリドキシリン塩酸塩標準品0.01gを水10mLに溶か  
23 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ  
24 フィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
25 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  
26 製した薄層板にスポットする。風乾後、アセトン/テトラヒ  
27 ドロフラン/ヘキサン/アンモニア水(28)混液(65:13:  
28 13:9)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
29 する。これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール(3→10)溶  
30 液(1→20)を均等に噴霧した後、風乾し、更に2,6-ジプロモ  
31 -*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノロンモノイミンのエタノール  
32 (99.5)溶液(1→1000)を均等に噴霧するとき、試料溶液及び  
33 標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は  
34 等しい。

35 エンドトキシリン(4.01) 3.0EU/mg未満。

36 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

37 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

38 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

39 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、  
40 適合する。

41 定量法 本品のピリドキシリン塩酸塩(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)約20mg  
42 に対応する容量を、必要ならば水で薄めた後、正確に量り、  
43 水を加えて正確に100mLとする。この液25mLを正確に量り、  
44 水を加えて正確に200mLとし、試料溶液とする。別にピリ  
45 ドキシリン塩酸塩標準品をデシケーター(減圧、シリカゲル)で  
46 4時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、水に溶かし、正確  
47 に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正  
48 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
49 1mLずつを正確に量り、それぞれにバルビタール緩衝液  
50 2.0mL、2-プロパノール9.0mL及び新たに製した2,6-ジブ  
51 ロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノロンモノイミンのエタノ  
52 ール(95)溶液(1→4000)2.0mLを加えてよく振り混ぜ、更に2

53 ープロパノールを加えて正確に25mLとし、90分間放置する。  
54 これらの液につき、水1mLを用いて同様に操作して得た液  
55 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
56 う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長  
57 650nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

58 ピリドキシリン塩酸塩(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>・HCl)の量(mg)  
59 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$$

60 M<sub>S</sub>:ピリドキシリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

61 貯法

62 保存条件 遮光して保存する。

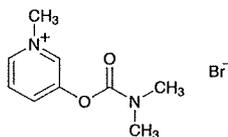
63 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 ピリドスチグミン臭化物

1 ピリドスチグミン臭化物

2 Pyridostigmine Bromide

3 臭化ピリドスチグミン



5  $C_9H_{13}BrN_2O_2$  : 261.12

6 3-Dimethylcarbamoyloxy-1-methylpyridinium bromide

7 [101-26-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ピリドスチグミン臭  
9 化物( $C_9H_{13}BrN_2O_2$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわ  
11 ずかに特異なにおいがある。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸  
13 (100)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。  
14 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0~6.0である。

15 本品は潮解性である。

16 確認試験

17 (1) 本品0.02gを水10mLに溶かし、ライネック塩試液  
18 5mLを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム試液0.6mLを加えるとき、  
20 ジメチルアミンの不快なにおいを発する。

21 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→30000)につき、紫  
22 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
23 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
24 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

26 (4) 本品の水溶液(1→50)は臭化物の定性反応(1.09)を呈  
27 する。

28 融点(2.60) 153~157°C

29 純度試験

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

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

35 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (4) 類縁物質 本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
38 試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、エタノール(95)  
39 を加えて正確に10mLとする。この液1mLを正確に量り、エ  
40 タノール(95)を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。

41 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
42 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマ  
43 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  
44 層板にスポットする。次にメタノール/クロロホルム/塩化  
45 アンモニウム試液混液(5:4:1)を展開溶媒として約12cm展  
46 開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)  
47 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

48 トは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

49 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 100°C,  
50 5時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
53 (100)10mLを加えて溶かし、無水酢酸40mLを加え、  
54 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
55 方法で空試験を行い、補正する。

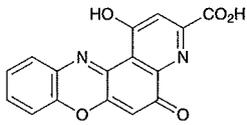
56 0.1mol/L過塩素酸1mL=26.11mg  $C_9H_{13}BrN_2O_2$

57 貯法 容器 密封容器。

# 1 ピレノキシシン

## 1 ピレノキシシン

2 Pirenoxine



4  $C_{16}H_8N_2O_5$  : 308.25

5 1-Hydroxy-5-oxo-5H-pyrido[3,2-a]phenoxazine-3-

6 carboxylic acid

7 [1043-21-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ピレノキシシン  
9 ( $C_{16}H_8N_2O_5$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は黄褐色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦  
11 い。

12 本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けにくく、水、ア  
13 セトニトリル、エタノール(95)、テトラヒドロフラン又はジ  
14 エチルエーテルにほとんど溶けない。

15 融点：約250°C(分解)。

### 16 確認試験

17 (1) 本品2mgをpH6.5のリン酸塩緩衝液10mLに溶かし、L  
18 -アスコルビン酸溶液(1→50)5mLを加えて激しく振り混ぜ  
19 るとき、暗紫色の沈殿を生じる。

20 (2) 本品のpH6.5のリン酸塩緩衝液溶液(1→20000)につ  
21 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
22 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  
23 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  
24 の吸収を認める。

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

### 29 純度試験

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

33 (2) 類縁物質 本品10mgを移動相50mLに溶かし、試料  
34 溶液とする。この液3mLを正確に量り、移動相を加えて正  
35 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
36 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  
37 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
38 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のピレノキシ  
39 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のピレノキシンのピ  
40 ーク面積より大きくない。

### 41 試験条件

42 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

43 カラム：内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの  
44 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
45 カゲルを充填する。

46 カラム温度：35°C付近の一定温度

47 移動相：塩化テトラn-ブチルアンモニウム1.39g及び  
48 リン酸水素二ナトリウム十二水和物4.5gを水1000mL

49 に溶かし、リン酸を加えてpH6.5に調整する。この液  
50 700mLにアセトニトリル200mL及びテトラヒドロフ  
51 ラン30mLを加えて混和する。

52 流量：ピレノキシンの保持時間が約10分になるように  
53 調整する。

54 面積測定範囲：ピレノキシンの保持時間の約3倍の範囲  
55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
57 えて正確に30mLとする。この液5μLから得たピレノ  
58 キシンのピーク面積が、標準溶液のピレノキシンのピ  
59 ーク面積の5~8%になることを確認する。

60 システムの性能：本品3mg及びパラオキシ安息香酸メチ  
61 ル16mgを移動相100mLに溶かす。この液5μLにつき、  
62 上記の条件で操作するとき、ピレノキシシン、パラオキ  
63 シ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は2.0以  
64 上である。

65 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
66 試験を6回繰り返すとき、ピレノキシンのピーク面積  
67 の相対標準偏差は1.0%以下である。

68 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(0.5g, 減圧, 80°C, 3時間)。

69 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

70 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ジメチルス  
71 ルホキシド140mLを加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、  
72 水30mLを加え、直ちに0.02mol/L水酸化ナトリウム液で滴  
73 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
74 補正する。

75 0.02mol/L水酸化ナトリウム液1mL=6.165mg  $C_{16}H_8N_2O_5$

76 貯法 容器 気密容器。

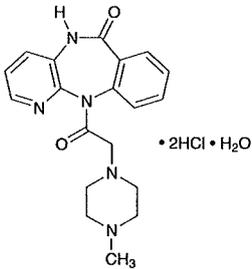
1 ピレンゼピン塩酸塩水和物

1 ピレンゼピン塩酸塩水和物

2 Pirenzepine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸ピレンゼピン

4 塩酸ピレンゼピン水和物



5

6  $C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$  : 442.34

7 11-[(4-Methylpiperazin-1-yl)acetyl]-5,11-dihydro-6H-  
8 pyrido[2,3-b][1,4]benzodiazepin-6-one dihydrochloride  
9 monohydrate

10 [29868-97-1, 無水物]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ピレンゼピ  
12 ン塩酸塩( $C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl$  : 424.32)98.5~101.0%を含む。

13 性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

14 本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、  
15 エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

16 本品1gを水10mLに溶かした液のpHは1.0~2.0である。

17 融点：約245°C(分解)。

18 本品は光によって徐々に着色する。

19 確認試験

20 (1) 本品の水溶液(1→40000)につき、紫外可視吸光度測  
21 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
22 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
23 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

28 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
29 する。

30 純度試験

31 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
32 その色は次の比較液より濃くない。

33 比較液：色の比較液F 1.2mLに薄めた塩酸(1→40)8.8mL  
34 を加える。

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

38 (3) 類縁物質 本品0.3gを水10mLに溶かす。この液1mL  
39 を量り、メタノール5mLを加えた後、移動相Aを加えて  
40 10mLとし、試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、  
41 メタノール5mLを加えた後、移動相Aを加えて正確に10mL  
42 とする。この液1mLを正確に量り、メタノール5mLを加え  
43 た後、移動相Aを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。  
44 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で

45 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
46 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、  
47 試料溶液のピレンゼピン以外のピークの面積は、標準溶液の  
48 ピレンゼピンのピーク面積の3/10より大きくない。また、  
49 試料溶液のピレンゼピン以外のピークの合計面積は、標準溶  
50 液のピレンゼピンのピーク面積の3/5より大きくない。

51 試験条件

52 検出器：紫外吸光度計(測定波長：283nm)

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

56 カラム温度：40°C付近の一定温度

57 移動相A：ラウリル硫酸ナトリウム2gを水900mLに溶  
58 かし、酢酸(100)を加えてpH3.2に調整した後、水を  
59 加えて1000mLとする。

60 移動相B：メタノール

61 移動相C：アセトニトリル

62 移動相の送液：移動相A、移動相B及び移動相Cの混合  
63 比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)	移動相C (vol%)
0 ~ 15	55 → 25	30	15 → 45
15 ~	25	30	45

64 流量：ピレンゼピンの保持時間が約8分になるように調  
65 整する。

66 面積測定範囲：溶媒のピークの後からピレンゼピンの保  
67 持時間の約2倍の範囲

68 システム適合性

69 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
70 5mLを加えた後、移動相Aを加えて正確に10mLとす  
71 る。この液10 $\mu$ Lから得たピレンゼピンのピークの面  
72 積が、標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の7~  
73 13%になることを確認する。

74 システムの性能：塩酸フェニルピペラジン0.1gをメタノ  
75 ール10mLに溶かす。この液1mL及び試料溶液1mLを  
76 混和し、メタノール5mLを加えた後、移動相Aを加え  
77 て10mLとする。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
78 操作するとき、ピレンゼピン、フェニルピペラジンの  
79 順に溶出し、その分離度は5以上である。

80 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
81 で試験を6回繰り返すとき、ピレンゼピンのピーク面  
82 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

83 水分(2.48) 3.5~5.0%(0.3g、容量滴定法、直接滴定)。

84 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

85 定量法 本品約0.2gを精密に量り、ギ酸2mLに溶かし、無水  
86 酢酸60mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電  
87 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

88 0.1mol/L過塩素酸1mL=14.14mg  $C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl$

89 貯法

90 保存条件 遮光して保存する。

91 容器 密閉容器。

## 1 ピロ亜硫酸ナトリウム

### 1 ピロ亜硫酸ナトリウム

2 Sodium Pyrosulfite

3 メタ亜硫酸ナトリウム

4  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  : 190.11

5 本品は定量するとき、ピロ亜硫酸ナトリウム

6 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ )95.0%以上を含む。

7 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、二酸化イオウの  
8 においがある。

9 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)に極めて溶けにく  
10 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

11 本品の水溶液(1→20)は酸性である。

12 本品は吸湿性である。

13 本品は空気中で徐々に分解する。

14 確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及び亜硫酸水  
15 素塩の定性反応(1.09)を呈する。

#### 16 純度試験

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

19 (2) チオ硫酸塩 本品1.0gを水15mLに溶かし、希塩酸  
20 5mLを徐々に加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、液は混  
21 濁しない。

22 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gを水10mLに溶かし、塩酸  
23 5mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を水10mLに溶か  
24 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  
25 を液がわずかに赤色となるまで加え、次に希酢酸2mL及び  
26 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
27 較液は塩酸5mLを水浴上で蒸発乾固し、希酢酸2mL、鉛標  
28 準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

29 (4) 鉄(1.10) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調製  
30 し、A法により試験を行う。比較液には鉄標準液2.0mLを加  
31 える(20ppm以下)。

32 (5) ヒ素(1.11) 本品0.5gを水10mLに溶かし、硫酸1mL  
33 を加え、砂浴上で白煙を生じるまで加熱し、水を加えて  
34 5mLとする。これを検液とし、試験を行う(4ppm以下)。

35 定量法 本品約0.15gを精密に量り、直ちに正確に0.05mol/L  
36 ヨウ素液50mLを入れたヨウ素瓶に入れ、密栓して振り混ぜ、  
37 暗所に5分間放置する。次に塩酸1mLを加え、過量のヨウ素  
38 を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示  
39 薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

40  $0.05\text{mol/L}$ ヨウ素液1mL=4.753mg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

#### 41 貯法

42 保存条件 遮光して、なるべく全満し、30℃以下で保存す  
43 る。

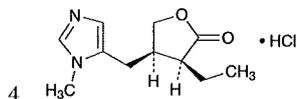
44 容器 気密容器。

# 1 ピロカルピン塩酸塩

## 1 ピロカルピン塩酸塩

2 Pilocarpine Hydrochloride

3 塩酸ピロカルピン



5  $C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HCl$  : 244.72

6 (3*S*,4*R*)-3-Ethyl-4-(1-methyl-1*H*-imidazol-5-ylmethyl)-

7 4,5-dihydrofuran-2(3*H*)-one monohydrochloride

8 [54-71-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ピロカルピン塩酸塩  
10 ( $C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は無色の結晶又は白色の粉末で、においはなく、味  
12 はわずかに苦い。

13 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、水、メタノール又  
14 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、  
15 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5~4.5である。

17 本品は吸湿性である。

18 本品は光によって変化する。

### 19 確認試験

20 (1) 本品0.1gを水5mLに溶かし、希硝酸1滴、過酸化水素  
21 試液1mL、クロロホルム1mL及び二クロム酸カリウム溶液  
22 (1→300)1滴を加え、激しく振り混ぜるとき、クロロホルム  
23 層は紫色を呈し、水層は無色~淡黄色である。

24 (2) 本品の水溶液(1→20)1mLに希硝酸1mL及び硝酸銀試  
25 液2~3滴を加えるとき、白色の沈殿又は混濁を生じる。

26 融点 (2.60) 200~203°C

### 27 純度試験

28 (1) 硫酸塩 本品0.5gを水20mLに溶かし、試料溶液とす  
29 る。試料溶液5.0mLに希塩酸1mL及び塩化バリウム試液  
30 0.5mLを加えるとき、液は混濁しない。

31 (2) 硝酸塩 (1)の試料溶液2.0mLに硫酸鉄(II)試液2mLを  
32 加え、これを硫酸4mL上に層積するとき、境界面は暗褐色  
33 を呈しない。

34 (3) 類縁物質 本品0.3gをメタノール10mLに溶かし、試  
35 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
36 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
37 き、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試  
38 料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
39 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  
40 ロロホルム/メタノール/アンモニア試液混液(85 : 14 : 2)  
41 を展開溶媒として約13cm展開した後、薄層板を105°Cで10  
42 分間乾燥し、冷後、ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴  
43 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、  
44 標準溶液から得たスポットより濃くない。

45 (4) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.25gをとり、試験を行う。  
46 液の色は色の比較液Bより濃くない。

47 乾燥減量 (2.41) 3.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

48 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(0.1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/

50 酢酸(100)混液(7 : 3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
51 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
52 補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=24.47mg  $C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HCl$

### 54 貯法

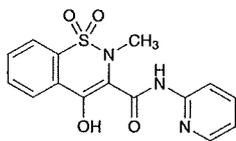
55 保存条件 遮光して保存する。

56 容器 気密容器。

# 1 ピロキシカム

## 1 ピロキシカム

2 Piroxicam



3

4  $C_{15}H_{13}N_3O_4S$  : 331.35

5 4-Hydroxy-2-methyl-N-(pyridin-2-yl)-2H-1,2-

6 benzothiazine-3-carboxamide 1,1-dioxide

7 [36322-90-4]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ピロキシカ  
9 ム( $C_{15}H_{13}N_3O_4S$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品は無水酢酸にやや溶けにくく、アセトニトリル、メタ  
12 ノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく、酢酸(100)に極め  
13 て溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 融点：約200°C(分解)。

### 15 確認試験

16 (1) 本品0.1gをメタノール/0.5mol/L塩酸試液混液(490 :  
17 1)に溶かし、200mLとする。この液1mLを量り、メタノ  
18 ール/0.5mol/L塩酸試液混液(490 : 1)を加えて100mLとした  
19 液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペク  
20 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  
21 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
22 の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭  
24 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
25 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
26 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。もしこれらの  
27 スペクトルに差を認めるときは、本品をジクロロメタンに溶  
28 かし、ジクロロメタンを蒸発し、残留物を水浴上で乾燥  
29 したものにつき、同様の試験を行う。

### 30 純度試験

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

34 (2) 類縁物質 本品75mgを液体クロマトグラフィー用ア  
35 セトニトリル50mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mL  
36 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を  
37 加えて正確に10mLとする。この液1mLを正確に量り、液体  
38 クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に50mL  
39 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを  
40 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
41 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  
42 分法により測定するとき、試料溶液のピロキシカム以外のピ  
43 ークの面積は、標準溶液のピロキシカムのピーク面積より大  
44 きくない。また、試料溶液のピロキシカム以外のピークの合  
45 計面積は、標準溶液のピロキシカムのピーク面積の2倍より  
46 大きくない。

47 試験条件

48 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

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

52 カラム温度：40°C付近の一定温度

53 移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
54 /液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3 :  
55 2)

56 流量：ピロキシカムの保持時間が約10分になるように  
57 調整する。

58 面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロキシカムの保  
59 持時間の約5倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、液体クロマ  
62 トグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に20mL  
63 とする。この液20 $\mu$ Lから得たピロキシカムのピーク  
64 面積が、標準溶液のピロキシカムのピーク面積の17.5  
65 ~32.5%になることを確認する。

66 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
67 操作するとき、ピロキシカムのピークの理論段数及び  
68 シンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5以下  
69 である。

70 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、ピロキシカムのピーク面  
72 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

74 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

75 定量法 本品約0.25gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液  
76 (1 : 1)60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
77 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

78 0.1mol/L過塩素酸1mL=33.14mg  $C_{15}H_{13}N_3O_4S$

79 貯法 容器 気密容器。

## 1 ピロキシリン

### 1 ピロキシリン

#### 2 Pyroxylin

3 本品はセルロースの硝酸エステルで、通例、2-プロパノ  
4 ール又はその他の適当な溶媒で潤したものである。

5 性状 本品は白色で、綿状又はフレーク状である。

6 本品はアセトンに溶けやすく、ジエチルエーテルに極めて  
7 溶けにくい。

8 本品は熱及び光によって分解し、亜硝酸ガスを発生する。

9 確認試験 本品は点火するとき、光輝ある炎を上げて極めてよ  
10 く燃える。

#### 11 純度試験

12 (1) 溶状 本品を80℃で2時間乾燥し、その1.0gをジエチ  
13 ルエーテル/エタノール(95)混液(3:1)25mLに溶かすとき、  
14 液は澄明である。

15 (2) 酸 本品を80℃で2時間乾燥し、その1.0gに水20mL  
16 を加え、10分間振り混ぜてろ過するとき、ろ液は中性であ  
17 る。

18 (3) 水可溶物 (2)のろ液10mLを水浴上で蒸発乾固し、  
19 105℃で1時間乾燥するとき、残留物の量は1.5mg以下であ  
20 る。

21 (4) 強熱残留物 本品を80℃で2時間乾燥し、その約2gを  
22 精密に量り、ヒマシ油のアセトン溶液(1→20)10mLで潤し  
23 て試料をゲル化する。内容物に点火して試料を炭化した後、  
24 約500℃で2時間強熱し、デシケーター(シリカゲル)で放冷す  
25 るとき、残留物の量は0.30%以下である。

#### 26 貯法

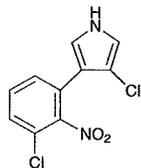
27 保存条件 遮光して、ゆるやかに詰め、火気を避け、なるべ  
28 く冷所に保存する。

29 容器 気密容器。

# 1 ピロールニトリン

## 1 ピロールニトリン

### 2 Pyrrolnitrin



3

4  $C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$  : 257.07

5 3-Chloro-4-(3-chloro-2-nitrophenyl)pyrrole

6 [1018-71-9]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり970～  
8 1020 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ピロールニ  
9 トリン( $C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$ )としての量を質量(力価)で示す。

10 性状 本品は黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に  
12 ほとんど溶けない。

### 13 確認試験

14 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき、紫外  
15 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
16 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピロールニト  
17 リ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  
18 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  
19 強度の吸収を認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
21 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
22 品の参照スペクトル又はピロールニトリン標準品のスペクト  
23 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
24 同様の強度の吸収を認める。

25 融点(2.60) 124～128 $^{\circ}$ C

26 純度試験 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
27 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
28 加えて正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、メ  
29 タノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これ  
30 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
31 を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグ  
32 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  
33 る。次にキシレン/酢酸エチル/ギ酸混液(18:2:1)を展開  
34 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を80 $^{\circ}$ Cで30分間乾燥  
35 する。これに薄めた硫酸(1→3)を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで30  
36 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  
37 ットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

38 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 60 $^{\circ}$ C,  
39 3時間)。

40 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

41 定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品及びピロー  
42 ルニトリン標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
43 それぞれを薄めたアセトニトリル(3→5)に溶かし、正確に  
44 50mLとする。この液10mLずつを正確に量り、それぞれに  
45 内標準溶液10mLを正確に加えた後、薄めたアセトニトリル  
46 (3→5)を加えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。

47 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマト  
48 グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
49 面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$   
50 を求める。

51 ピロールニトリン( $C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$52 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

53  $M_S$ : ピロールニトリン標準品の秤取量[mg(力価)]

54 内標準溶液 安息香酸ベンジルの薄めたアセトニトリル(3  
55 →5)溶液(3→500)

### 56 試験条件

57 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

58 カラム: 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
59 液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲ  
60 ルを充てんする。

61 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

62 移動相: 水/アセトニトリル混液(11:9)

63 流量: ピロールニトリンの保持時間が約9分になるよう  
64 に調整する。

### 65 システム適合性

66 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
67 作するとき、ピロールニトリン、内標準物質の順に溶  
68 出し、その分離度は3以上である。

69 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
70 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
71 対するピロールニトリンのピーク面積の比の相対標準  
72 偏差は1.0%以下である。

### 73 貯法

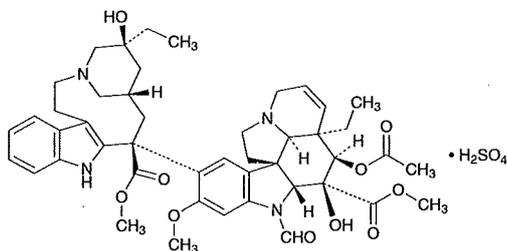
74 保存条件 遮光して保存する。

75 容器 気密容器。

## 1 ビンクリスチン硫酸塩

2 Vincristine Sulfate

3 硫酸ビンクリスチン



4

5  $C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4 : 923.04$ 

6 Methyl(3aR,4R,5S,5aR,10bR,13aR)-4-acetoxy-3a-ethyl-  
7 9-[(5S,7S,9S)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-  
8 1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-  
9 azacycloundecino[5,4-b]indol-9-yl]-6-formyl-5-hydroxy-8-  
10 methoxy-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1H-  
11 indolizino[8,1-c $\alpha$ ]carbazole-5-carboxylate monosulfate  
12 [2068-78-2]

13 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ビンクリス  
14 チン硫酸塩( $C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$ )95.0~105.0%を含む。

15 性状 本品は白色~淡黄白色の粉末である。

16 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にほとん  
17 ど溶けない。

18 本品は吸湿性である。

19 旋光度  $[\alpha]_D^{20} : +28.5 \sim +35.5^\circ$ (乾燥物に換算したもの  
20 0.2g, 水, 10mL, 100mm)。

## 21 確認試験

22 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測  
23 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
24 トルと本品の参照スペクトル又はビンクリスチン硫酸塩標準  
25 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
26 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
27 収を認める。

28 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
29 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
30 品の参照スペクトル又はビンクリスチン硫酸塩標準品のスペ  
31 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  
32 ろに同様の強度の吸収を認める。

33 (3) 本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応(1.09)を  
34 呈する。

35 pH(2.54) 本品10mgを水10mLに溶かした液のpHは3.5~  
36 4.5である。

## 37 純度試験

38 (1) 溶状 本品50mgを水10mLに溶かすとき、液は無色  
39 澄明である。

40 (2) 類縁物質 本品10mgを水10mLに溶かし、試料溶液  
41 とする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
42 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液200 $\mu$ Lずつを  
43 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
44 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

45 分法により測定するとき、試料溶液のビンクリスチンのピー  
46 クに対する相対保持時間約0.9のデアセチルビンクリスチ  
47 ン及び相対保持時間約1.6のビンブラスチンのピーク面積は、  
48 標準溶液のビンクリスチンのピーク面積のそれぞれ1/8及  
49 び3/20より大きくない。試料溶液のビンクリスチン及び上  
50 記以外のピークの面積は、標準溶液のビンクリスチンのピー  
51 ク面積の1/4より大きくない。また、試料溶液のビンクリ  
52 スチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のビンクリスチ  
53 ンのピーク面積より大きくない。

## 54 試験条件

55 検出器：紫外吸光度計(測定波長：297nm)

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

59 カラム温度：40℃付近の一定温度

60 移動相A：メタノール

61 移動相B：水/ジエチルアミン混液(197：3)にリン酸を  
62 加えてpH7.5に調整する。

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 12	62	38
12 ~ 27	62 → 92	38 → 8

65 流量：ビンクリスチンの保持時間が約15分になるよう  
66 に調整する。

67 面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンクリスチンの  
68 保持時間の約1.7倍の範囲

## 69 システム適合性

70 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水を加えて  
71 正確に200mLとする。この液200 $\mu$ Lから得たビンク  
72 リスチンのピーク面積が、標準溶液のビンクリスチ  
73 ンのピーク面積の1.75~3.25%になることを確認する。

74 システムの性能：本品及び硫酸ビンブラスチン15mgず  
75 つを水100mLに溶かす。この液200 $\mu$ Lにつき、上記  
76 の条件で操作するとき、ビンクリスチン、ビンブラス  
77 チンの順に溶出し、その分離度は4以上である。

78 システムの再現性：標準溶液200 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
79 で試験を6回繰り返すとき、ビンクリスチンのピーク  
80 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

81 乾燥減量 本品約10mgにつき、次の操作条件で熱分析法第2  
82 法(2.52)により試験を行うとき、12.0%以下である。

## 83 操作条件

84 加熱速度：毎分5℃

85 測定温度範囲：室温~200℃

86 雰囲気ガス：乾燥窒素

87 雰囲気ガスの流量：毎分40mL

88 定量法 本品及びビンクリスチン硫酸塩標準品(別途本品と同  
89 様の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mgずつを精密に量  
90 り、それぞれを水に溶かし、正確に10mLとし、試料溶液及  
91 び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確  
92 にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
93 試験を行い、それぞれの液のビンクリスチンのピーク面積

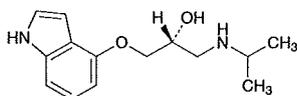
## 2 ビンクリスチン硫酸塩

- 94  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する.
- 95 ビンクリスチン硫酸塩( $C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$ )の量(mg)
- 96  $= M_S \times A_T / A_S$
- 97  $M_S$ : 乾燥物に換算したビンクリスチン硫酸塩標準品の秤
- 98 取量(mg)
- 99 試験条件
- 100 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 297nm)
- 101 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m
- 102 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ
- 103 ゲルを充てんする.
- 104 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度
- 105 移動相: 水/ジエチルアミン混液(59:1)にリン酸を加
- 106 えてpH7.5に調整する. この液300mLにメタノール
- 107 700mLを加える.
- 108 流量: ビンクリスチンの保持時間が約7分になるように
- 109 調整する.
- 110 システム適合性
- 111 システムの性能: 本品及び硫酸ビンプラスチン5mgずつ
- 112 を水5mLに溶かす. この液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
- 113 で操作するとき, ビンクリスチン, ビンプラスチンの
- 114 順に溶出し, その分離度は4以上である.
- 115 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
- 116 で試験を6回繰り返すとき, ビンクリスチンのピーク
- 117 面積の相対標準偏差は1.0%以下である.
- 118 貯法
- 119 保存条件 遮光して, -20 $^{\circ}$ C以下に保存する.
- 120 容器 気密容器.

# 1 ピンドロール

## 1 ピンドロール

### 2 Pindolol



3 及び鏡像異性体

4  $C_{14}H_{20}N_2O_2$  : 248.32

5 (2RS)-1-(1H-Indol-4-yloxy)-

6 3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol

7 [13523-86-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ピンドロール  
9 ( $C_{14}H_{20}N_2O_2$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいが  
11 ある。

12 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶  
13 けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品は希硫酸又は酢酸(100)に溶ける。

### 15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)1mLに塩酸1-(4-  
17 ピリジル)ピリジニウムクロリド溶液(1→1000)1mL及び水酸  
18 化ナトリウム試液1mLを加えた後、塩酸1mLを加えるとき、  
19 液は青色～青紫色を呈し、次に赤紫色に変わる。

20 (2) 本品0.05gを希硫酸1mLに溶かし、ライネック塩試液  
21 1mLを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

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

27 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
28 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  
29 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
30 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

31 吸光度(2.24)  $E_{1cm}^{1\%}(264nm)$  : 333~350(10mg, メタノール,  
32 500mL)。

33 融点(2.60) 169~173°C

### 34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.5gを酢酸(100)10mLに溶かし、直ちに観  
36 察するとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。  
37 比較液：色の比較液A 4mLを正確に量り、水6mLを正確  
38 に加えて、混和する。

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

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

44 (4) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
45 試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、メタノールを  
46 加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メ  
47 タノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これ  
48 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験

49 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  
50 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。  
51 次にクロロホルム/アセトン/イソプロピルアミン混液(5:  
52 4:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾す  
53 る。これに薄めた硫酸(3→5)及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→  
54 50)を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以  
55 外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、メタノール  
59 80mLを加えて溶かし、0.1mol/L塩酸で滴定(2.50)する(電  
60 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

61 0.1mol/L塩酸1mL=24.83mg  $C_{14}H_{20}N_2O_2$

### 62 貯法

63 保存条件 遮光して保存する。

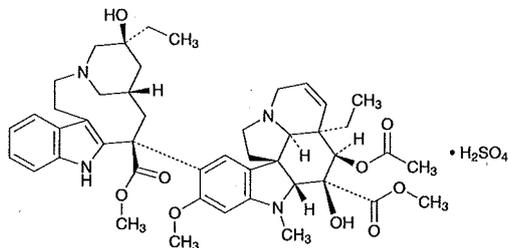
64 容器 気密容器。

# 1 ビンブラスチン硫酸塩

## 1 ビンブラスチン硫酸塩

2 Vinblastine Sulfate

3 硫酸ビンブラスチン



4

5  $C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$  : 909.05

6 Methyl(3aR,4R,5S,5aR,10bR,13aR)-4-acetoxy-3a-ethyl-  
7 9-[(5S,7S,9S)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-  
8 1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-  
9 azacycloundecino[5,4-b]indol-9-yl]-5-hydroxy-8-methoxy-6-  
10 methyl-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1H-  
11 indolizino[8,1-c $\alpha$ ]carbazole-5-carboxylate monosulfate  
12 [143-67-9]

13 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ビンブラスチン硫酸塩( $C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$ )96.0~102.0%を含む。

14 性状 本品は白色~微黄色の粉末である。

15 本品は水にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

16 本品は吸湿性である。

17 旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : -28~-35°(乾燥物に換算したもの)  
18 20mg, メタノール, 10mL, 100mm).

### 21 確認試験

22 (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ビンブラスチン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。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン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。

24 (3) 本品の水溶液(1→100)は硫酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

25 pH(2.54) 本品15mgを水10mLに溶かした液のpHは3.5~5.0である。

### 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品50mgを水10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

28 (2) 類縁物質 本品約4mg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25mLとし、標準溶液とする。これらの液200 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(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

45 定するとき、試料溶液のビンブラスチン以外のピークの面積は、標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の1/4より大きくない。また、試料溶液のビンブラスチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の3/4より大きくない。

### 46 試験条件

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

48 面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンブラスチンの保持時間の約4倍の範囲

### 49 システム適合性

50 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

51 検出の確認：標準溶液2.5mLを正確にとり、水を加えて正確に100mLとする。この液200 $\mu$ Lから得たビンブラスチンのピーク面積が、標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の1.7~3.3%になることを確認する。

52 システムの再現性：標準溶液200 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

53 乾燥減量 本品約10mgにつき、次の操作条件で熱分析法第2法(2.52)により試験を行うとき、15.0%以下である。

### 54 操作条件

55 加熱速度：毎分5°C

56 測定温度範囲：室温~200°C

57 雰囲気ガス：乾燥窒素

58 雰囲気ガスの流量：毎分40mL

59 定量法 本品及びビンブラスチン硫酸塩標準品(別途本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mg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20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のビンブラスチンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。

60 ビンブラスチン硫酸塩( $C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$ )の量(mg)

$$61 = M_S \times A_T / A_S$$

62  $M_S$  : 乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量(mg)

### 63 試験条件

64 検出器：紫外吸光度計(測定波長：262nm)

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

66 カラム温度：25°C付近の一定温度

67 移動相：ジエチルアミン7mLに水を加えて500mLとし、リン酸を加えてpH7.5に調整する。この液380mLにメタノール/アセトニトリル混液(4:1)620mLを加える。

68 流量：ビンブラスチンの保持時間が約8分になるように調整する。

### 69 システム適合性

70 システムの性能：本品及び硫酸ビンクリスチン10mgずつを水25mLに溶かす。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の

## 2 ビンブラスチン硫酸塩

- 97 条件で操作するとき、ビクリスチン、ビンブラスチ  
98 ンの順に溶出し、その分離度は4以上である。  
99 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
100 で試験を6回繰り返すとき、ビンブラスチンのピーク  
101 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
102 貯法  
103 保存条件 遮光して、 $-20^{\circ}\text{C}$ 以下に保存する。  
104 容器 気密容器。

1 注射用ビンブラスチン硫酸塩

1 注射用ビンブラスチン硫酸塩

2 Vinblastine Sulfate for Injection

3 注射用硫酸ビンブラスチン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
6 ビンブラスチン硫酸塩(C<sub>46</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>：909.05)を含む。

7 製法 本品は「ビンブラスチン硫酸塩」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は白色～微黄色の軽質の塊又は粉末である。

10 本品は水に溶けやすい。

11 本品の水溶液(1→1000)のpHは3.5～5.0である。

12 確認試験 「ビンブラスチン硫酸塩」の確認試験(1)を準用す  
13 る。

14 純度試験 類縁物質 本品4mgを水10mLに溶かし、試料溶液  
15 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に25mL  
16 とし、標準溶液とする。これらの液200μLずつを正確にとり、  
17 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
18 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  
19 定するとき、試料溶液のビンブラスチン以外のピークの面積  
20 は、標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の1/2より大  
21 きくない。また、試料溶液のビンブラスチン以外のピークの  
22 合計面積は、標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の2倍  
23 より大きくない。

24 試験条件

25 「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験(2)の試験条件を  
26 準用する。

27 システム適合性

28 「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験(2)のシステム適  
29 合性を準用する。

30 エンドトキシン(4.01) 10EU/mg未満。

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

33 本品1個をとり、1mL中にビンブラスチン硫酸塩  
34 (C<sub>46</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)約0.4mgを含む液となるように、水に  
35 溶かし、正確にV mLとし、試料溶液とする。別にビンブ  
36 ラスチン硫酸塩標準品(別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様  
37 の方法で乾燥減量を測定しておく)約10mgを精密に量り、水  
38 に溶かして正確に25mLとし、標準溶液とする。以下「ビン  
39 ブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する。

40 ビンブラスチン硫酸塩(C<sub>46</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)の量(mg)

41 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 25 / V$$

42 M<sub>S</sub>：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤  
43 取量(mg)

44 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

45 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

48 定量法 本品につき、ビンブラスチン硫酸塩(C<sub>46</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>・  
49 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)0.10gに対応する個数をとり、それぞれの内容物を水  
50 に溶かし、100mLのメスフラスコに移す。各々の容器は水  
51 で洗い、洗液は先の液に合わせ、水を加えて正確に100mL

52 とする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に  
53 25mLとし、試料溶液とする。別にビンブラスチン硫酸塩標  
54 準品(別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減  
55 量を測定しておく)約10mgを精密に量り、水に溶かして正確  
56 に25mLとし、標準溶液とする。以下「ビンブラスチン硫酸  
57 塩」の定量法を準用する。

58 ビンブラスチン硫酸塩(C<sub>46</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>・H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)の量(mg)

59 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 10$$

60 M<sub>S</sub>：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤  
61 取量(mg)

62 貯法

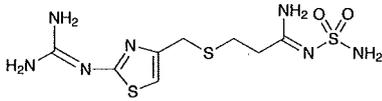
63 保存条件 遮光して、2～8℃に保存する。

64 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 ファモチジン

1 ファモチジン

2 Famotidine



4  $C_8H_{15}N_7O_2S_3$  : 337.45

5 *N*-Aminosulfonyl-3-[[2-(diaminomethyleneamino)-

6 1,3-thiazol-4-yl]methylsulfanyl]propanimidamide

7 [76824-35-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ファミチジン  
9 ( $C_8H_{15}N_7O_2S_3$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)に溶けに  
12 くく、水に極めて溶けにくい。

13 本品は0.5mol/L塩酸試液に溶ける。

14 本品は光によって徐々に着色する。

15 融点：約164°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液(1→  
18 50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
19 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  
20 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  
21 同様の強度の吸収を認める。

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

26 純度試験

27 (1) 溶状 本品0.5gを0.5mol/L塩酸試液10mLに溶かすと  
28 き、液は無色～微黄色澄明である。

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

32 (3) 類縁物質 本品0.20gを酢酸(100)10mLに溶かし、試  
33 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、酢酸(100)を加え  
34 て正確に100mLとする。この液1mL、2mL及び3mLを正確  
35 に量り、それぞれに酢酸(100)を加えて正確に10mLとし、  
36 標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。これらの  
37 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
38 う。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液  
39 (3)5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5～  
40 7μm、蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし、  
41 窒素気流中で乾燥する。次に酢酸エチル/メタノール/トル  
42 エン/アンモニア水(28)混液(40 : 25 : 20 : 2)を展開溶媒と  
43 して約8cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線  
44 (主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポ  
45 ット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液(3)から  
46 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  
47 ット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液(1)及  
48 び標準溶液(2)から得たスポットと比較して総量を求めると

49 き、0.5%以下である。

50 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、80°C、  
51 4時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

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

56 0.1mol/L過塩素酸1mL=16.87mg  $C_8H_{15}N_7O_2S_3$

57 貯法

58 保存条件 遮光して保存する。

59 容器 気密容器。

# 1 ファモチジン散

## 1 ファモチジン散

### 2 Famotidine Powder

本品は定量するとき、表示量の94.0~106.0%に対応するファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>: 337.45)を含む。

製法 本品は「ファモチジン」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「ファモチジン」0.01gに対応する量を取り、0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mLを加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液5mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えて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263~267nm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、ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)10mg当たり水10mLを加え、よく振り混ぜ、次にメタノール10mLを加え、更によく振り混ぜた後、1mL中にファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)約0.4mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし、遠心分離する。上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の量(mg)

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

M<sub>S</sub>: 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mLとする。

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20mg/g散及び100mg/g散の15分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び85%以上である。

本品の表示量に従いファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)約20mg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。別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80°Cで4時間減圧乾燥し、その約40mg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266nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 45$$

M<sub>S</sub>: 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(mg)

C: 1g中のファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の表示量(mg)

定量法 本品のファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)約20mgに対応する量を精密に量り、水20mLを加え、よく振り混ぜる。次に

メタノール20mLを加え、更によく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に50mLとし、遠心分離する。上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80°Cで4時間減圧乾燥し、その約0.1g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10mL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、内標準溶液2mLを正確に加え、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ファモチジンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の量(mg)

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

M<sub>S</sub>: 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液(1→500)5mLに水を加えて50mL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: 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム2gを水900mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH3.0に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液にアセトニトリル240mL及びメタノール40mLを加える。

流量: ファモチジンの保持時間が約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5μLにつき、上記の条件で操作するとき、ファモチジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は11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ファモ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。

# 1 ファモチジン錠

## 1 ファモチジン錠

### 2 Famotidine 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 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>: 337.45)を含む。

5 製法 本品は「ファモチジン」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、その表示量に従い「ファモチジ  
8 ン」0.01gに対応する量を取り、0.05mol/Lリン酸二水素カリ  
9 ウム試液50mLを加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。  
10 上澄液5mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えて  
11 50mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
12 吸収スペクトルを測定するとき、波長263~267nmに吸収の  
13 極大を示す。

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

16 本品1個をとり、水2mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させ  
17 る。次にメタノールを加え、更によく振り混ぜた後、1mL  
18 中にファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)約0.2mgを含む液となるよ  
19 うにメタノールを加えて正確にV mLとし、遠心分離する。  
20 上澄液10mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、  
21 移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に定量用フ  
22 アモチジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧  
23 乾燥し、その約0.1gを精密に量り、メタノールに溶かし、正  
24 確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、メタノール  
25 を加えて正確に50mLとする。この液10mLを正確に量り、  
26 内標準溶液2mLを正確に加え、移動相を加えて20mLとし、  
27 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLにつき、定量法  
28 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
29 内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積  
30 の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

31 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の量(mg)  
32 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × V / 500

33 M<sub>S</sub>: 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

34 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  
35 (1→500)5mLに水を加えて50mLとする。

36 溶出性 別に規定する。

37 定量法 本品のファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)0.2gに対応する個  
38 数を取り、水50mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させる。次  
39 にメタノール100mLを加え、更によく振り混ぜた後、メタ  
40 ノールを加えて正確に200mLとし、遠心分離する。上澄液  
41 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、移動相  
42 を加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用ファモチ  
43 ジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し、  
44 その約0.1gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
45 100mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mL  
46 を正確に加え、移動相を加えて50mLとし、標準溶液とする。  
47 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  
48 グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
49 面積に対するファモチジンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求  
50 める。

51 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 2

52 M<sub>S</sub>: 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

53 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  
54 (1→500)5mLに水を加えて50mLとする。

55 試験条件

56 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

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

60 カラム温度: 25℃付近の一定温度

61 移動相: 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム2gを水  
62 900mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH3.0に調整し  
63 た後、水を加えて1000mLとする。この液にアセトニ  
64 トリル240mL及びメタノール40mLを加える。

65 流量: ファモチジンの保持時間が約6分になるように調  
66 整する。

67 システム適合性

68 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
69 作するとき、ファモチジン、内標準物質の順に溶出し、  
70 その分離度は11以上である。

71 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
72 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
73 対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差  
74 は1.0%以下である。

75 貯法 容器 気密容器。

## 1 ファモチジン注射液

## 2 Famotidine 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92.0～108.0%に対応する  
5 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub> : 337.45)を含む。

6 製法 本品は「ファモチジン」をとり、注射剤の製法により製  
7 する。

8 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

9 確認試験 本品の表示量に従い「ファモチジン」10mgに対応  
10 する容量をとり、水を加えて100mLとする。この液1mLを  
11 カラム(55～105μmの前処理用オクタデシルシリル化シリカ  
12 ゲル約0.4gを内径約1cmのクロマトグラフィー管に注入して  
13 調製したもの)に入れて流出させる。水15mLで洗い、メタ  
14 ノール5mLで流出する。流出液にメタノールを加えて10mL  
15 とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
16 スペクトルを測定するとき、波長285～289nmに吸収の極大  
17 を示す。

18 浸透圧比 別に規定する。

19 pH 別に規定する。

20 純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「ファモチジン」  
21 25mgに対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に  
22 50mLとし、試料溶液とする。別に定量用ファモチジン約  
23 10mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLと  
24 する。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
25 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
26 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
27 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
28 積を自動積分法により測定し、次式により、それらの量を求  
29 めるとき、ファモチジンに対する相対保持時間約1.3及び約  
30 1.5の類縁物質の量はそれぞれ3.0%以下、上記以外の類縁物  
31 質の量は0.5%以下であり、総量は5.0%以下である。

$$32 \text{ 類縁物質の量(\%)} = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$$

$$33 \text{ 類縁物質の総量(\%)} = M_S \times \Sigma A_T / A_S \times 1 / 10$$

34  $M_S$  : 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

35  $A_S$  : 標準溶液のファモチジンのピーク面積

36  $A_T$  : 試料溶液の類縁物質のピーク面積

37  $\Sigma A_T$  : 試料溶液の類縁物質のピークの合計面積

## 38 試験条件

39 検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準  
40 用する。

41 移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム1.74gを水  
42 900mLに溶かし、薄めた酢酸(100)(1→10)を加えて  
43 pH4.0に調整した後、水を加えて1000mLとする。こ  
44 の液840mLにメタノール80mL及びアセトニトリル  
45 40mLを加える。

46 流量 : ファモチジンの保持時間が約17分になるように  
47 調整する。

48 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からファモチジンの保  
49 持時間の約4倍の範囲

50 システム適合性

51 検出の確認 : 標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加

52 えて正確に50mLとする。この液20μLから得たファ  
53モチジンのピーク面積が、標準溶液のファモチジンの  
54ピーク面積の8～12%になることを確認する。

55 システムの性能 : 定量用ファモチジン20mgをとり、パ  
56ラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(1→  
57500)2mLを加えた後、メタノールを加えて溶かし、  
5820mLとする。この液5mLを量り、移動相を加えて  
5950mLとした液10μLにつき、上記の条件で操作する  
60とき、ファモチジン、パラオキシ安息香酸メチルの順  
61に溶出し、その分離度は19以上である。

62 システムの再現性 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
63で試験を6回繰り返すとき、ファモチジンのピーク面  
64積の相対標準偏差は2.0%以下である。

65 エンドトキシン (4.01) 15EU/mg未満。

66 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

67 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

68 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

69 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、  
70 適合する。

71 定量法 本品のファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)約25mgに対応す  
72る容量を正確に量り、内標準溶液2.5mLを正確に加えた後、  
73移動相を加えて50mLとする。この液10mLを量り、移動相  
74を加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用ファモチ  
75ジンを酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し、  
76その約50mgを精密に量り、メタノールに溶かした後、内標  
77準溶液5mLを正確に加え、メタノールを加えて50mLとする。  
78この液5mLを量り、移動相を加えて50mLとし、標準溶液と  
79する。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体  
80クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
81のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 $Q_T$ 及  
82び $Q_S$ を求める。

83 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の量(mg)

$$84 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 2$$

85  $M_S$  : 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

86 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  
87溶液(1→500)

## 88 試験条件

89 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

90 カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
91の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
92リカゲルを充てんする。

93 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

94 移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム1.74gを水  
95900mLに溶かし、薄めた酢酸(100)(1→10)を加えて  
96pH4.0に調整した後、水を加えて1000mLとする。こ  
97の液750mLにメタノール200mL及びアセトニトリル  
9850mLを加える。

99 流量 : ファモチジンの保持時間が約4分になるように調  
100整する。

101 システム適合性

102 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、ファモチジン、内標準物質の順に溶出

## 2 ファモチジン注射液

- 104 し、その分離度は26以上である。
- 105 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 106 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 107 に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏
- 108 差は1.0%以下である。
- 109 貯法 容器 密封容器。

# 1 注射用ファモチジン

## 1 注射用ファモチジン

### 2 Famotidine for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の94.0~106.0%に対応する  
5 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>: 337.45)を含む。

6 製法 本品は「ファモチジン」をとり、注射剤の製法により製  
7 する。

8 性状 本品は白色の多孔性の塊又は粉末である。

9 確認試験 本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01gに対応  
10 する量を取り、0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液50mL  
11 を加えて溶かす。この液5mLに0.05mol/Lリン酸二水素カリ  
12 ウム試液を加えて50mLとした液につき、紫外可視吸光度測  
13 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長263  
14 ~267nmに吸収の極大を示す。

15 pH(2.54) 本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02gに対  
16 応する量を取り、水1mLを加えて溶かした液のpHは4.9~  
17 5.5である。

#### 18 純度試験

19 (1) 溶状 本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02gに  
20 対応する量を取り、水1mLを加えて溶かすとき、液は無色  
21 澄明である。

22 (2) 類縁物質 本品につき、ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)  
23 約0.1gに対応する個数を取り、開封し、それぞれの内容物に  
24 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  
25 合わせ、水を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。  
26 この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、  
27 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にと  
28 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
29 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  
30 り測定するとき、試料溶液のファモチジン以外のピークの合  
31 計面積は、標準溶液のファモチジンのピーク面積より大きく  
32 ない。

#### 33 試験条件

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

36 面積測定範囲：溶媒のピークの後からファモチジンの保  
37 持時間の約2倍の範囲

#### 38 システム適合性

39 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

40 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水を加えて  
41 正確に20mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たファモチジ  
42 ンのピーク面積が、標準溶液のファモチジンのピーク  
43 面積の8~12%になることを確認する。

44 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
45 試験を6回繰り返すとき、ファモチジンのピーク面積  
46 の相対標準偏差は2.0%以下である。

47 水分(2.48) 1.5%以下(0.1g, 電量滴定法)。

48 エンドトキシン(4.01) 15EU/mg未満。

49 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

50 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

51 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

52 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

53 適合する。

54 定量法 本品につき、ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)約0.1gに対  
55 応する個数を取り、開封し、それぞれの内容物に水を加えて  
56 溶かし、各々の容器は水で洗い、洗液は先の液に合わせ、水  
57 を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、  
58 内標準溶液5mLを正確に加え、移動相を加えて50mLとし、  
59 試料溶液とする。別に定量用ファモチジンを酸化リン(V)を  
60 乾燥剤として80℃で4時間減圧乾燥し、その約50mgを精密  
61 に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとする。この液5mL  
62 を正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、移動相を加  
63 えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
64 5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
65 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するファモチ  
66 ジンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

67 ファモチジン(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>7</sub>O<sub>2</sub>S<sub>3</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

68  $M_S$  : 定量用ファモチジンの秤取量(mg)

69 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  
70 (1→500)5mLに水を加えて50mLとする。

#### 71 試験条件

72 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

76 カラム温度：25℃付近の一定温度

77 移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム2gを水  
78 900mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH3.0に調整し  
79 た後、水を加えて1000mLとする。この液にアセトニ  
80 トリル240mL及びメタノール40mLを加える。

81 流量：ファモチジンの保持時間が約6分になるように調  
82 整する。

#### 83 システム適合性

84 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
85 作するとき、ファモチジン、内標準物質の順に溶出し、  
86 その分離度は11以上である。

87 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
88 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
89 対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差  
90 は1.0%以下である。

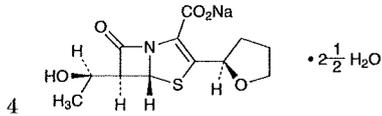
91 貯法 容器 密封容器。

1 ファロペネムナトリウム水和物

1 ファロペネムナトリウム水和物

2 Faropenem Sodium Hydrate

3 ファロペネムナトリウム



5 C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>NNaO<sub>5</sub>S · 2½H<sub>2</sub>O : 352.34

6 Monosodium(5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-7-oxo-3-

7 [(2*R*)-tetrahydrofuran-2-yl]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-

8 2-ene-2-carboxylate hemipentahydrate

9 [122547-49-3, 無水物]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり870～  
11 943μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ファロペネム  
12 (C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S : 285.32)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(95)に  
15 溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品5mgを塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール  
18 試液1mLに溶かし、3分間放置した後、酸性硫酸アンモニウ  
19 ム鉄(Ⅲ)試液1mLを加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色～褐  
20 色を呈する。

21 (2) 本品及びファロペネムナトリウム標準品の水溶液(1→  
22 20000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
23 ペクトルを測定し、本品のスペクトルとファロペネムナトリ  
24 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  
25 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品及びファロペネムナトリウム標準品につき、赤外  
27 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  
28 試験を行い、本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標  
29 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  
30 波長のところに同様の強度の吸収を認める。

31 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +145～+150°(脱水物に換算したも  
32 の0.5g, 水, 50mL, 100mm)。

33 純度試験

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

37 (2) 類縁物質 本品の0.10g(力価)に対応する量を水  
38 200mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量  
39 り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料  
40 溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
41 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
42 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  
43 料溶液のファロペネムに対する相対保持時間約1.1のエピマ  
44 ー体のピーク面積は、標準溶液のファロペネムのピーク面積  
45 の3/10より大きくない。また試料溶液のファロペネム以外  
46 のピークの合計面積は、標準溶液のファロペネムのピーク面  
47 積の1/2より大きくない。

48 試験条件

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

51 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240nm)

52 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からファロペネムの保  
53 持時間の約6倍の範囲

54 システム適合性

55 検出の確認: 標準溶液2mLを正確に量り, 水を加えて  
56 正確に20mLとした液20μLから得たファロペネムの  
57 ピーク面積が, 標準溶液のファロペネムのピーク面積  
58 の7～13%になることを確認する。

59 システムの性能: 定量法の標準溶液20μLにつき, 上記  
60 の条件で操作するとき, 内標準物質, ファロペネムの  
61 順に溶出し, その分離度は1.5以上である。

62 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき, 上記の条件  
63 で試験を6回繰り返すとき, ファロペネムのピーク面  
64 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

65 水分(2.48) 12.6～13.1%(20mg, 電量滴定法)。

66 定量法 本品及びファロペネムナトリウム標準品約25mg(力  
67 価)に対応する量を精密に量り, それぞれに内標準溶液  
68 10mLを正確に加えた後, 水を加えて溶かし, 50mLとし,  
69 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
70 につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
71 試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するファロペネム  
72 のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

73 ファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S)の量[μg(力価)]

74 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 1000

75 M<sub>S</sub>: ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

76 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノン0.5gをアセト  
77 ニトリル20mLに溶かし, 水を加えて200mLとする。

78 試験条件

79 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 305nm)

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

83 カラム温度: 40℃付近の一定温度

84 移動相: リン酸二水素カリウム4.8g, リン酸水素二ナト  
85 リウム十二水和物5.4g及び臭化テトラ*n*-ブチルアン  
86 モニウム1.0gを水に溶かして1000mLとする。この液  
87 870mLにアセトニトリル130mLを加える。

88 流量: ファロペネムの保持時間が約11分になるように  
89 調整する。

90 システム適合性

91 システムの性能: 標準溶液20μLにつき, 上記の条件で  
92 操作するとき, 内標準物質, ファロペネムの順に溶出  
93 し, その分離度は1.5以上である。

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

98 貯法 容器 気密容器。

1 ファロペネムナトリウム錠

1 ファロペネムナトリウム錠

2 Faropenem Sodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の94.0~106.0%に  
4 対応するファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S : 285.32)を含む。

5 製法 本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり、錠剤  
6 の製法により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ファロペネムナト  
8 リウム水和物」70mg(力価)に対応する量を取り、水を加え  
9 て100mLとする。この液5mLに水を加えて100mLとし、必  
10 要ならばろ過した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
11 により吸収スペクトルを測定するとき、波長254~258nm及  
12 び304~308nmに吸収の極大を示す。

13 純度試験 類縁物質 本品5個以上をとり粉末とし、表示量に  
14 従い「ファロペネムナトリウム水和物」約25mg(力価)に対  
15 応する量を取り、水約10mLを加えてよく振り混ぜた後、水  
16 を加えて正確に50mLとし、ろ過する。初めのろ液10mLを  
17 除き、次のろ液を試料溶液とする。この液2mLを正確に量  
18 り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料  
19 溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
20 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
21 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  
22 料溶液のファロペネムに対する相対保持時間約0.71の開裂体  
23 のピーク面積は、標準溶液のファロペネムのピーク面積の  
24 1.5倍より大きくない。また、試料溶液のファロペネム以外  
25 のピークの合計面積は、標準溶液のファロペネムのピーク面  
26 積の2.5倍より大きくない。ただし、ファロペネムに対する  
27 相対保持時間約0.71の開裂体のピーク面積は自動積分法で求  
28 めた面積に感度係数0.37を乗じた値とする。

29 試験条件

30 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240nm)

31 カラム：内径4mm、長さ25cmのステンレス管に5μmの  
32 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
33 カゲルを充てんする。

34 カラム温度：40℃付近の一定温度

35 移動相A：リン酸二水素カリウム6.12g、リン酸水素二  
36 ナトリウム十二水和物1.79g及び臭化テトラ*n*-ブチ  
37 ルアンモニウム1.61gをとり、水に溶かし、1000mL  
38 とする。

39 移動相B：移動相A/アセトニトリル混液(1 : 1)

40 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
41 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 ~ 54	84 → 30	16 → 70

42 流量：毎分1.5mL

43 面積測定範囲：溶媒のピークの後からファロペネムの保  
44 持時間の約2.5倍の範囲

45 システム適合性

46 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水を加えて  
47 正確に20mLとする。この液20μLから得たファロペ  
48 ネムのピーク面積が、標準溶液のファロペネムのピー  
49 ク面積の7~13%になることを確認する。

50 システムの性能：定量法の標準溶液20μLにつき、上記  
51 の条件で操作するとき、内標準物質、ファロペネムの  
52 順に溶出し、その分離度は11以上である。

53 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
54 で試験を6回繰り返すとき、ファロペネムのピーク面  
55 積の相対標準偏差は3.0%以下である。

56 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  
57 き、適合する。

58 本品1個をとり、水130mLを加えて崩壊するまで激しく振  
59 り混ぜた後、1mL中に「ファロペネムナトリウム水和物」  
60 約1mg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV mL  
61 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に  
62 100mLとし、ろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
63 を試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標準品約  
64 25mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確  
65 に50mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正  
66 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
67 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
68 波長275nm、305nm及び354nmにおける吸光度A<sub>T275</sub>、A<sub>T305</sub>、  
69 及びA<sub>T354</sub>並びにA<sub>S275</sub>、A<sub>S305</sub>、及びA<sub>S354</sub>を測定し、A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>  
70 を計算する。

$$A_T = A_{T305} - (49 \times A_{T275} + 30 \times A_{T354}) / 79$$

$$A_S = A_{S305} - (49 \times A_{S275} + 30 \times A_{S354}) / 79$$

71 ファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$$

72 M<sub>S</sub>：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

73 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
74 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 85%以上である。

76 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
77 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
78 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V' mLを  
79 正確に量り、表示量に従い1mL中に「ファロペネムナト  
80 リウム水和物」約56μg(力価)を含む液となるように水を加えて  
81 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にファロペネムナ  
82 トリウム標準品約18mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
83 水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
84 り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶  
85 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
86 り試験を行い、波長306nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定  
87 する。

88 ファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 225$$

89 M<sub>S</sub>：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

90 C：1錠中のファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S)の表示量[mg(力  
91 価)]

92 定量法 本品5個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末と  
93 する。ファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub>S)約25mg(力価)に対応する  
94 量を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、更に水  
95 を加えてよく振り混ぜた後、50mLとし、ろ過する。初めのろ  
96 液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にファロペ

## 2 ファロペネムナトリウム錠

101 ネムナトリウム標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に  
102 量り、内標準溶液10mLを正確に加え、更に水を加えて溶か  
103 し、50mLとし、標準溶液とする。以下「ファロペネムナト  
104 リウム水和物」の定量法を準用する。

105 ファロペネム( $C_{12}H_{15}NO_5S$ )の量[mg(力価)] =  $M_S \times Q_T / Q_S$

106  $M_S$ : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

107 内標準溶液  $m$ -ヒドロキシアセトフェノン0.5gをアセト  
108 ニトリル20mLに溶かし、水を加えて200mLとする。

109 貯法 容器 気密容器。

# 1 シロップ用ファロペネムナトリウム

## 1 シロップ用ファロペネムナトリウム

### 2 Faropenem Sodium for Syrup

3 本品は用時溶解して用いるシロップ剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0~106.0%に  
5 対応するファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>NO<sub>5</sub>S : 285.32)を含む。

6 製法 本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり、シロ  
7 ップ用剤の製法により製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ファロペネムナト  
9 リウム水和物」25mg(力価)に対応する量を取り、水を加え  
10 て50mLとする。この液5mLに水を加えて50mLとし、必要  
11 ならばろ過し、この液につき、紫外可視吸光度測定法  
12 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長254~  
13 258nm及び304~308nmに吸収の極大を示す。

14 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  
15 い「ファロペネムナトリウム水和物」約25mg(力価)に対応  
16 する量を取り、水約10mLを加えてよく振り混ぜた後、水  
17 を加えて正確に50mLとし、ろ過する。初めのろ液10mLを除  
18 き、次のろ液を試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、  
19 水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
20 及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
21 マトグラフィー (2.01)により試験を行う。それぞれの液の  
22 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  
23 液のファロペネムに対する相対保持時間約0.71の開裂体のピー  
24 ク面積は、標準溶液のファロペネムのピーク面積の1.5倍  
25 より大きくない。また、試料溶液のファロペネム以外のピー  
26 クの合計面積は、標準溶液のファロペネムのピーク面積の2  
27 倍より大きくない。ただし、ファロペネムに対する相対保持  
28 時間約0.71の開裂体のピーク面積は自動積分法で求めた面積  
29 に感度係数0.37を乗じた値とする。

#### 30 試験条件

31 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

32 カラム：内径4mm、長さ25cmのステンレス管に5μmの  
33 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
34 カゲルを充てんする。

35 カラム温度：40℃付近の一定温度

36 移動相A：リン酸二水素カリウム6.12g、リン酸水素二  
37 ナトリウム十二水和物1.79g及び臭化テトラ*n*-ブチ  
38 ルアンモニウム1.61gをとり、水に溶かし、1000mL  
39 とする。

40 移動相B：移動相A/アセトニトリル混液(1 : 1)

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 54	84 → 30	16 → 70

43 流量：毎分1.5mL

44 面積測定範囲：溶媒のピークの後からファロペネムの保  
45 持時間の約2.5倍の範囲

#### 46 システム適合性

47 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水を加えて  
48 正確に20mLとする。この液20μLから得たファロペ  
49 ネムのピーク面積が、標準溶液のファロペネムのピー

ク面積の7~13%になることを確認する。

51 システムの性能：定量法の標準溶液20μLにつき、上記  
52 の条件で操作するとき、内標準物質、ファロペネムの  
53 順に溶出し、その分離度は11以上である。

54 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
55 で試験を6回繰り返すとき、ファロペネムのピーク面  
56 積の相対標準偏差は3.0%以下である。

57 水分 (2.48) 1.5~2.1%(80mg, 電量滴定法)。

58 製剤均一性 (6.02) 分包したものは、質量偏差試験を行うと  
59 き、適合する。

60 定量法 本品を必要ならば粉末とし、ファロペネム  
61 (C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>NO<sub>5</sub>S)約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、内  
62 標準溶液10mLを正確に加えた後、水を加えてよく振り混ぜ、  
63 水を加えて50mLとし、ろ過する。初めのろ液10mLを除き、  
64 次のろ液を試料溶液とする。別にファロペネムナトリウム標  
65 準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、内標準溶液  
66 10mLを正確に加えた後、水を加えて溶かし、50mLとし、  
67 標準溶液とする。以下「ファロペネムナトリウム水和物」の  
68 定量法を準用する。

69 ファロペネム(C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>NO<sub>5</sub>S)の量[mg(力価)]= $M_S \times Q_T / Q_S$

70  $M_S$ ：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

71 内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノン0.5gをアセト  
72 ニトリル20mLに溶かし、水を加えて200mLとする。

#### 73 貯法

74 保存条件 遮光して保存する。

75 容器 気密容器。

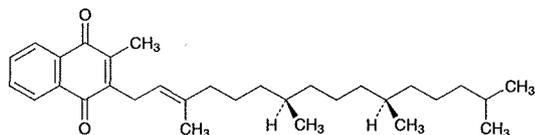
1 フィトナジオン

1 フィトナジオン

2 Phytonadione

3 ビタミンK<sub>1</sub>

4 フィトメナジオン



6 C<sub>31</sub>H<sub>46</sub>O<sub>2</sub> : 450.70

7 2-Methyl-3-[(2E,7R,11R)-3,7,11,15-tetramethylhexadec-

8 2-en-1-yl]-1,4-naphthoquinone

9 [84-80-0]

10 本品は定量するとき、フィトナジオン(C<sub>31</sub>H<sub>46</sub>O<sub>2</sub>)97.0~  
11 102.0%を含む。

12 性状 本品は黄色~だいたい黄色の澄明な粘性の液である。

13 本品はイソオクタンと混和する。

14 本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、水にほとんど  
15 溶けない。

16 本品は光によって徐々に分解し、赤褐色になる。

17 比重  $d_{20}^{20}$  : 約0.967

18 確認試験

19 (1) 本品のイソオクタン溶液(1→100000)につき、紫外可  
20 視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本  
21 品のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。また、本品のイソオクタン溶液(1→10000)につき、  
24 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
25 し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較する  
26 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
27 吸収を認める。

28 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液  
29 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  
30 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  
31 ころに同様の強度の吸収を認める。

32 屈折率 (2.45)  $n_D^{20}$  : 1.525~1.529

33 純度試験

34 (1) 吸光度の比 本品のイソオクタン溶液(1→100000)に  
35 つき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波  
36 長248.5nm、253.5nm及び269.5nmにおける吸光度A<sub>1</sub>、A<sub>2</sub>  
37 及びA<sub>3</sub>を測定するとき、A<sub>2</sub>/A<sub>1</sub>は0.69~0.73、A<sub>2</sub>/A<sub>3</sub>は  
38 0.74~0.78である。また、本品のイソオクタン溶液(1→  
39 10000)につき、波長284.5nm及び326nmにおける吸光度A<sub>4</sub>  
40 及びA<sub>5</sub>を測定するとき、A<sub>4</sub>/A<sub>5</sub>は0.28~0.34である。

41 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、弱く加熱して炭化  
42 する。冷後、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶  
43 液(1→10)10mLを加え、エタノールに点火して燃焼させる。  
44 冷後、硫酸1mLを加え、以下第4法により操作し、試験を行  
45 う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

46 (3) メナジオン 本品20mgを水/エタノール(95)混液  
47 (1 : 1)0.5mLに溶かし、3-メチル-1-フェニル-5-ピラ

48 ゾロンのエタノール(95)溶液(1→20)1滴及びアンモニア水  
49 (28)1滴を加え、2時間放置するとき、液は青紫色を呈しない。  
50 異性体比 本操作は、光を避け、速やかに行う。本品30mgを  
51 移動相50mLに溶かす。この液4mLに移動相を加えて25mL  
52 とする。この液10mLに移動相を加えて25mLとし、試料溶  
53 液とする。試料溶液50μLにつき、次の条件で液体クロマト  
54 グラフィー (2.01) により試験を行い、Z体のピーク面積A<sub>TZ</sub>  
55 及びB体のピーク面積A<sub>TB</sub>を測定するとき、A<sub>TZ</sub>/(A<sub>TZ</sub>+A<sub>TB</sub>)  
56 は0.05~0.18である。

57 試験条件

58 定量法の試験条件を準用する。

59 システム適合性

60 システムの性能：試料溶液50μLにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、Z体、B体の順に溶出し、その分離度  
62 は1.5以上である。

63 システムの再現性：試料溶液50μLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、B体及びZ体のピークの  
65 合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

66 定量法 本操作は、光を避け、速やかに行う。本品及びフィト  
67 ナジオン標準品約30mgずつを精密に量り、それぞれを移動  
68 相に溶かし、正確に50mLとする。この液4mLずつを正確に  
69 量り、それぞれに移動相を加えて正確に25mLとする。この  
70 液10mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液7mLを正  
71 確に加え、移動相を加えて25mLとし、試料溶液及び標準溶  
72 液とする。試料溶液及び標準溶液50μLにつき、次の条件で  
73 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準  
74 物質のピーク面積に対するB体及びZ体のピークの合計面積  
75 の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

76 フィトナジオン(C<sub>31</sub>H<sub>46</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

77 M<sub>S</sub>：フィトナジオン標準品の秤取量(mg)

78 内標準溶液 安息香酸コレステロールの移動相溶液(1→  
79 400)

80 試験条件

81 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

82 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
83 の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充て  
84 んする。

85 カラム温度：30℃付近の一定温度

86 移動相：ヘキサン/n-アミルアルコール混液(4000 :  
87 3)

88 流量：フィトナジオンの2つのピークのうち、後に溶出  
89 するピークの保持時間が約25分になるように調整す  
90 る。

91 システム適合性

92 システムの性能：標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、内標準物質、Z体、B体の順に溶出し、  
94 Z体とB体の分離度は1.5以上である。

95 システムの再現性：標準溶液50μLにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
97 に対するB体及びZ体のピークの合計面積の比の相対  
98 標準偏差は1.0%以下である。

99 貯法

## 2 フィトナジオン

- 100 保存条件 遮光して、冷所に保存するか、又は空気を「窒
- 101 素」で置換して保存する。
- 102 容器 気密容器。

1 乾燥弱毒生風しんワクチン

1 乾燥弱毒生風しんワクチン

2 Freeze-dried Live Attenuated Rubella Vaccine

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は弱毒生風しんウイルスを含む。

5 本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生風しんワクチンの条  
6 に適合する。

7 性状 本品は溶剤を加えるとき、無色、帯黄色又は帯赤色の澄

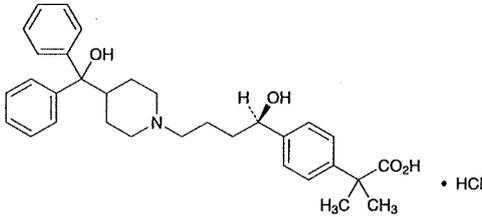
8 明な液となる。

1 フェキソフェナジン塩酸塩

1 フェキソフェナジン塩酸塩

2 Fexofenadine Hydrochloride

3 塩酸フェキソフェナジン



4 及び鏡像異性体

5  $C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$  : 538.12

6 2-(4-((1*R,S*)-1-Hydroxy-4-[4-(hydroxydiphenylmethyl)piperidin-  
7 1-yl]butyl)phenyl)-2-methylpropanoic acid monohydrochloride  
8 [153439-40-8]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フェキソフ  
10 エナジン塩酸塩( $C_{32}H_{39}NO_4$ )98.0~102.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)  
13 にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

14 本品のメタノール溶液(3→100)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→2500)につき、紫外可視吸  
17 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
18 スペクトルと本品の参照スペクトル又はフェキソフェナジン  
19 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  
20 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
21 の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトル又はフェキソフェナジン塩酸塩標準品の  
25 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
26 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  
27 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、  
28 結晶をろ取り、乾燥したものにつき、同様の試験を行う。

29 (3) 本品の水/メタノール混液(1:1)溶液(3→200)は塩化  
30 物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

31 純度試験

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

35 (2) 類縁物質 本品25mgをとり、リン酸二水素ナトリウ  
36 ム二水和物7.51g及び過塩素酸ナトリウム0.84gを水1000mL  
37 に溶かし、リン酸を加えてpH2.0に調整した液/液体クロマ  
38 トグラフィー用アセトニトリル混液(1:1)に溶かして25mL  
39 とし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相  
40 を加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、  
41 移動相を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶  
42 液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体ク  
43 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液  
44 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

45 溶液のフェキソフェナジン以外のピークの面積は、標準溶液  
46 のフェキソフェナジンのピーク面積より大きくない。ただし、  
47 フェキソフェナジンに対する相対保持時間約1.8及び約3.3の  
48 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  
49 1.5及び0.9を乗じた値とする。

50 試験条件

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

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェキソフェナジ  
54 ンの保持時間の約6倍の範囲

55 システム適合性

56 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
57 操作するとき、フェキソフェナジンのピークの理論段  
58 数及びシンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、  
59 2.0以下である。

60 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
61 で試験を6回繰り返すとき、フェキソフェナジンのピ  
62 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

63 (3) 残留溶媒 別に規定する。

64 水分(2.48) 0.5%以下(0.25g, 電量滴定法)。

65 強熱残渣(2.44) 0.1%以下(1g)。

66 定量法 本品及びフェキソフェナジン塩酸塩標準品(別途本品  
67 と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約25mgずつを  
68 精密に量り、それぞれをリン酸二水素ナトリウム二水和物  
69 7.51g及び過塩素酸ナトリウム0.84gを水1000mLに溶かし、  
70 リン酸を加えてpH2.0に調整した液/液体クロマトグラフィ  
71 ー用アセトニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に25mLとす  
72 る。この液3mLずつを正確に量り、それぞれに移動相を加  
73 えて正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料  
74 溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
75 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
76 液のフェキソフェナジンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

77 フェキソフェナジン塩酸塩( $C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$78 = M_S \times A_T / A_S$$

79  $M_S$ ：脱水物に換算したフェキソフェナジン塩酸塩標準品  
80 の秤取量(mg)

81 試験条件

82 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

83 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
84 の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを  
85 充てんする。

86 カラム温度：25℃付近の一定温度

87 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.51g及び過  
88 塩素酸ナトリウム0.84gを水1000mLに溶かし、リン  
89 酸を加えてpH2.0に調整した液650mLに液体クロマ  
90 トグラフィー用アセトニトリル350mL及びトリエチ  
91 ルアミン3mLを加える。

92 流量：フェキソフェナジンの保持時間が約9分になるよ  
93 うに調整する。

94 システム適合性

95 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
96 操作するとき、フェキソフェナジンのピークの理論段

## 2 フェキソフェナジン塩酸塩

- 97 数及びシンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、  
98 2.0以下である。  
99 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
100 で試験を6回繰り返すとき、フェキソフェナジンのピ  
101 ーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
102 貯法 容器 密閉容器。

1 フェニトイン

1 フェニトイン

2 Phenytoin

3 ジフェニルヒダントイン



4

5  $C_{15}H_{12}N_2O_2$  : 252.27

6 5,5-Diphenylimidazolidine-2,4-dione

7 [57-41-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フェニトイン  
9 ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒で、におい及び味はな  
11 い。

12 本品はエタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく、ジ  
13 エチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

15 融点：約296°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.02gをアンモニア試液2mLに溶かし、硝酸銀試  
18 液5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品0.01gにアンモニア試液1mL及び水1mLを加えて  
20 煮沸し、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→20)50mLにアンモニア  
21 試液10mLを加えた液2mLを滴加するとき、赤色の結晶性の  
22 沈殿を生じる。

23 (3) 本品0.1gに水酸化ナトリウム0.2gを混ぜ、加熱して融  
24 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  
25 る。

26 (4) 本品0.1gにサラシ粉試液3mLを加え、5分間振り混ぜ、  
27 熱湯15mLを加えて油状の沈降物を溶かす。冷後、希塩酸  
28 1mLを滴加し、更に水4mLを加え、生じた白色の沈殿をろ  
29 取し、水で洗った後、沈殿に付着する水分をろ紙で圧して除  
30 く。次に沈殿をクロロホルム1mLに溶かし、薄めたエタノ  
31 ール(9→10)5mLを加え、ガラス棒で器壁をこすって白色の  
32 結晶性の沈殿を生成させる。この沈殿をエタノール(95)で洗  
33 った後、乾燥するとき、その融点(2.60)は、165~169°Cで  
34 ある。

35 純度試験

36 (1) 溶状 本品0.20gを0.2mol/L水酸化ナトリウム液  
37 10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。また、これを加  
38 熱するとき、白濁を生じない。冷後、これにアセトン5mL  
39 を混和するとき、液は無色澄明である。

40 (2) 酸又はアルカリ 本品2.0gに水40mLを加え、1分間  
41 振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とし、次の試験を行  
42 う。

43 (i) 試料溶液10mLにフェノールフタレイン試液2滴を加え  
44 るとき、液は無色である。また、0.01mol/L水酸化ナトリウ  
45 ム液0.15mLを追加するとき、液は赤色を呈する。

46 (ii) 試料溶液10mLに0.01mol/L塩酸0.30mL及びメチルレ  
47 ッド試液5滴を加えるとき、液は赤色~だいたい色を呈する。

48 (3) 塩化物(1.03) 本品0.30gをアセトン30mLに溶かし、  
49 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
50 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.60mLにアセトン  
51 30mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.071%以  
52 下)。

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

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(2g, 105°C, 2時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール  
59 (95)40mLを加え、加温して溶かし、直ちにチモールフタレ  
60 イン試液0.5mLを加え、液が淡青色を呈するまで0.1mol/L水  
61 酸化ナトリウム液を滴加し、次にピリジン1mL、フェノー  
62 ルフタレイン試液5滴及び硝酸銀試液25mLを加え、液が1分  
63 間持続する淡赤色を呈するまで、更に0.1mol/L水酸化ナト  
64 リウム液で滴定(2.50)する。

65 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=25.23mg  $C_{15}H_{12}N_2O_2$

66 貯法 容器 密閉容器。

## 1 フェニトイン散

### 1 フェニトイン散

#### 2 Phenytoin Powder

#### 3 ジフェニルヒダントイン散

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 フェニトイン( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ : 252.27)を含む。

6 製法 本品は「フェニトイン」をとり、顆粒剤又は散剤の製法  
7 により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「フェニトイン」0.3gに対応す  
9 る量をとり、ジエチルエーテル100mLずつで2回よくかき混  
10 ぜて抽出し、抽出液を合わせてろ過する。ろ液を水浴上で蒸  
11 発乾固し、残留物につき、「フェニトイン」の確認試験を準  
12 用する。

13 溶出性 別に規定する。

14 定量法 本品のフェニトイン( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ )約50mgに対応する  
15 量を精密に量り、メタノール30mLを加え、時々振り混ぜな  
16 がら15分間超音波処理し、更に10分間振り混ぜた後、メタ  
17 ノールを加え、正確に50mLとする。この液を遠心分離し、  
18 上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
19 試料溶液とする。別に定量用フェニトインを105℃で2時間  
20 乾燥し、その約25mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
21 正確に25mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液  
22 5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
23 液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
24 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェニ  
25 トインのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

26 フェニトイン( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

27  $M_S$ : 定量用フェニトインの秤取量(mg)

28 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  
29 →25000)

30 試験条件

31 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 258nm)

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

35 カラム温度: 40℃付近の一定温度

36 移動相: メタノール/pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝  
37 液混液(11: 9)

38 流量: フェニトインの保持時間が約5分になるように調  
39 整する。

40 システム適合性

41 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、フェニトイン、内標準物質の順に溶出  
43 し、その分離度は8以上である。

44 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
45 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
46 に対するフェニトインのピーク面積の比の相対標準偏  
47 差は1.0%以下である。

48 貯法 容器 密閉容器。

1 フェニトイン錠

1 フェニトイン錠

2 Phenytoin Tablets

3 ジフェニルヒダントイン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 フェニトイン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: 252.27)を含む。

6 製法 本品は「フェニトイン」をとり、錠剤の製法により製す  
7 る。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フェニトイン」  
9 0.3gに対応する量を取り、分液漏斗に入れ、希塩酸1mL及  
10 び水10mLを加え、ジエチルエーテル100mLで1回、次に  
11 25mLずつで4回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液を合  
12 わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去し、残留物を105°C  
13 で2時間乾燥する。残留物につき、「フェニトイン」の確認  
14 試験を準用する。

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

17 本品1個をとり、水/アセトニトリル混液(1:1)3V/5mL  
18 を加え、時々振り混ぜながら15分間超音波処理し、更に10  
19 分間振り混ぜた後、1mL中にフェニトイン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)約  
20 1mgを含む液となるように水/アセトニトリル混液(1:1)を  
21 加え、正確にV mLとする。この液を遠心分離し、上澄液  
22 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、試料溶  
23 液とする。以下定量法を準用する。

24 フェニトイン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)  
25 =  $M_s \times Q_T / Q_s \times V / 25$

26  $M_s$ : 定量用フェニトインの秤取量(mg)

27 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  
28 →25000)

29 溶出性 別に規定する。

30 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、め  
31 の製乳鉢を用いて粉末とする。フェニトイン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)約  
32 50mgに対応する量を精密に量り、水/アセトニトリル混液  
33 (1:1)30mLを加え、時々振り混ぜながら15分間超音波処理  
34 し、更に10分間振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液  
35 (1:1)を加え、正確に50mLとする。この液を遠心分離し、  
36 上澄液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
37 試料溶液とする。別に定量用フェニトインを105°Cで2時間  
38 乾燥し、その約25mgを精密に量り、水/アセトニトリル混  
39 液(1:1)に溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確  
40 に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準溶液とする。  
41 試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマ  
42 トグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピー  
43 ク面積に対するフェニトインのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_s$ を  
44 求める。

45 フェニトイン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg) =  $M_s \times Q_T / Q_s \times 2$

46  $M_s$ : 定量用フェニトインの秤取量(mg)

47 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  
48 →25000)

49 試験条件

50 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 258nm)

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

54 カラム温度: 40°C付近の一定温度

55 移動相: メタノール/pH3.5の0.02mol/Lリン酸塩緩衝  
56 液混液(11:9)

57 流量: フェニトインの保持時間が約5分になるように調  
58 整する。

59 システム適合性

60 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、フェニトイン、内標準物質の順に溶出  
62 し、その分離度は8以上である。

63 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
65 に対するフェニトインのピーク面積の比の相対標準偏  
66 差は1.0%以下である。

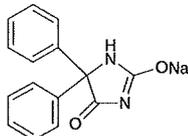
67 貯法 容器 密閉容器。

1 注射用フェニトインナトリウム

1 注射用フェニトインナトリウム

2 Phenytoin Sodium for Injection

3 注射用ジフェニルヒダントインナトリウム



5  $C_{15}H_{11}N_2NaO_2$  : 274.25

6 Monosodium 5,5-diphenyl-4-oxoimidazolidin-2-olate

7 [630-93-3]

8 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フェニトインナトリ  
10 ウム( $C_{15}H_{11}N_2NaO_2$ )98.5%以上を含み、表示量の92.5~  
11 107.5%に対応するフェニトインナトリウム( $C_{15}H_{11}N_2NaO_2$ )  
12 を含む。

13 製法 本品は注射剤の製法により製する。

14 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

15 本品は水又はエタノール(95)にやや溶けやすく、クロロホ  
16 ルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは約12である。

18 本品は吸湿性である。

19 本品の水溶液は放置するとき、徐々に二酸化炭素を吸収し  
20 てフェニトインの結晶を析出する。

21 確認試験

22 (1) 定量法で得た残留物につき、「フェニトイン」の確認  
23 試験を準用する。

24 (2) 本品0.5gを強熱し、冷後、残留物を水10mLに溶かし  
25 た液は、赤色リトマス紙を青変する。また、この液はナトリ  
26 ウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品1.0gを共栓試験管にとり、新たに煮沸して  
29 冷却した水20mLを加えて溶かすとき、液は無色澄明である。  
30 また、わずかに混濁することがあっても、0.1mol/L水酸化  
31 ナトリウム液4.0mLを加えるとき、液は無色澄明である。

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

35 乾燥減量 (2.41) 2.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

36 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
37 これを乾燥し、その約0.3gを精密に量り、分液漏斗に入れ、  
38 水50mLに溶かし、希塩酸10mLを加え、ジエチルエーテル  
39 100mLで抽出する。更にジエチルエーテル25mLずつで4回  
40 抽出し、全抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを蒸  
41 発し、残留物を105°Cで2時間乾燥し、質量を量り、フェニ  
42 トイン( $C_{15}H_{12}N_2O_2$  : 252.27)の量とする。

43 フェニトインナトリウム( $C_{15}H_{11}N_2NaO_2$ )の量(mg)

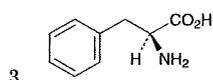
44 =フェニトイン( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ )の量(mg)×1.087

45 貯法 容器 密封容器。

# 1 L-フェニルアラニン

## 1 L-フェニルアラニン

2 L-Phenylalanine



4  $C_9H_{11}NO_2$  : 165.19

5 (2S)-2-Amino-3-phenylpropanoic acid

6 [63-91-2]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-フェニルアラニン( $C_9H_{11}NO_2$ )98.5%以上を含む。

8 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、  
9 又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

10 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

11 本品は希塩酸に溶ける。

12 確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)  
13 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  
14 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
15 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

16 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  :  $-33.0 \sim -35.5^\circ$ (乾燥後, 0.5g, 水,  
17 25mL, 100mm)。

18 pH(2.54) 本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは5.3~  
19 6.3である。

20 純度試験

21 (1) 溶状 本品0.5gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき、  
22 液は無色澄明である。

23 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
24 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

25 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
26 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

29 (5) 重金属(1.07) 本品1.0gに水40mL及び希酢酸2mLを  
30 加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて50mLとする。こ  
31 れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢  
32 酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

33 (6) ヒ素(1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし、水  
34 15mLを加え、これを検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

35 (7) 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし、試料溶液  
36 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
37 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
38 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
39 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
40 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
41 製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢  
42 酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
43 薄層板を80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリンのア  
44 セトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間加熱  
45 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、  
46 標準溶液から得たスポットより濃くない。

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

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品を乾燥し、その約0.17gを精密に量り、ギ酸3mL  
52 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
53 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
54 補正する。

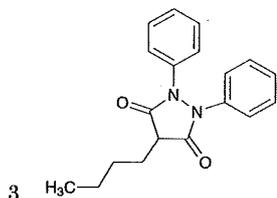
55 0.1mol/L過塩素酸1mL=16.52mg  $C_9H_{11}NO_2$

56 貯法 容器 気密容器。

1 フェニルブタゾン

1 フェニルブタゾン

2 Phenylbutazone



4  $C_{19}H_{20}N_2O_2$  : 308.37

5 4-Butyl-1,2-diphenylpyrazolidine-3,5-dione

6 [50-33-9]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フェニルブタゾン

8 ( $C_{19}H_{20}N_2O_2$ )99.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、  
10 味は初めないが、後にわずかに苦い。

11 本品はアセトンに溶けやすく、エタノール(95)又はジエチ  
12 ルエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 確認試験

15 (1) 本品0.1gに酢酸(100)1mL及び塩酸1mLを加え、還流  
16 冷却器を付け、水浴上で30分間加熱した後、水10mLを加え、  
17 氷冷する。この液をろ過し、ろ液に亜硝酸ナトリウム試液3  
18 ～4滴を加える。この液1mLに2-ナフトール試液1mL及び  
19 クロロホルム3mLを加えて振り混ぜるとき、クロロホルム  
20 層は濃赤色を呈する。

21 (2) 本品1mgを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし、  
22 水を加えて100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度  
23 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ  
24 クトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペ  
25 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

26 融点(2.60) 104～107°C

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品1.0gを水酸化ナトリウム溶液(2→25)20mL  
29 に溶かし、25±1°Cで3時間放置するとき、液は澄明である。  
30 また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
31 試験を行うとき、波長420nmにおける吸光度は0.05以下で  
32 ある。

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

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

38 (4) 硫酸呈色物 本品1.0gを硫酸20mLに溶かし、25±  
39 1°Cで正確に30分間放置するとき、液は澄明である。また、  
40 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を  
41 行うとき、波長420nmにおける吸光度は、0.10以下である。

42 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、アセトン  
45 25mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)  
46 する(指示薬:プロモチモールブルー試液5滴)。ただし、滴

47 定の終点は液の青色が15秒間持続するときとする。別にア  
48 セトン25mLに水16mLを加えた液につき、同様の方法で空  
49 試験を行い、補正する。

50 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=30.84mg  $C_{19}H_{20}N_2O_2$

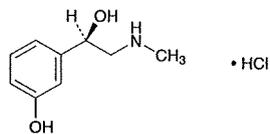
51 貯法 容器 気密容器。

1 フェニレフリン塩酸塩

1 フェニレフリン塩酸塩

2 Phenylephrine Hydrochloride

3 塩酸フェニレフリン



5  $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$  : 203.67

6 (1*R*)-1-(3-Hydroxyphenyl)-2-methylaminoethanol

7 monohydrochloride

8 [61-76-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フェニレフリン塩酸  
10 塩( $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$ )98.0~102.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味は苦い。

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

15 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.5~5.5である。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)1mLに硫酸銅(II)試液1滴を加  
18 え、更に水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加えるとき、液  
19 は青色を呈する。次にジエチルエーテル1mLを加えて振り  
20 混ぜるとき、ジエチルエーテル層は青色を呈しない。

21 (2) 本品の水溶液(1→100)1mLに塩化鉄(III)試液1滴を加  
22 えるとき、液は持続する紫色を呈する。

23 (3) 本品0.3gを水3mLに溶かし、アンモニア試液1mLを  
24 加え、ガラス棒で試験管の内壁をこするとき、沈殿を生じる。  
25 沈殿をろ取し、氷冷した水数滴で洗い、105℃で2時間乾燥  
26 するとき、その融点(2.60)は170~177℃である。

27 (4) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
28 を呈する。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -42.0~-47.5°(乾燥後、0.5g、水、  
30 10mL、100mm)。

31 融点(2.60) 140~145℃

32 純度試験

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

35 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
36 液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.048%以下)。

37 (3) ケトン 本品0.20gを水1mLに溶かし、ペンタシアノ  
38 ニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液2滴及び水酸化ナトリウ  
39 ム試液1mLを加え、酢酸(100)0.6mLを加えるとき、液の色  
40 は次の比較液より濃くない。

41 比較液：本品を用いないで、同様に操作する。

42 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、105℃、2時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ヨウ素瓶に  
45 入れ、水40mLに溶かし、0.05mol/L臭素液50mLを正確に加  
46 える。更に塩酸5mLを加えて直ちに密栓し、振り混ぜた後、  
47 15分間放置する。次にヨウ化カリウム試液10mLを注意して  
48 加え、直ちに密栓してよく振り混ぜた後、5分間放置し、遊

49 離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
50 (2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空  
51 試験を行う。

52 0.05mol/L臭素液1mL=3.395mg  $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$

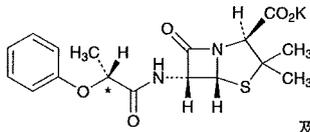
53 貯法

54 保存条件 遮光して保存する。

55 容器 気密容器。

1 フェネチシリンカリウム

2 Phenethicillin Potassium



3 及びC'位エピマー

4  $C_{17}H_{19}KN_2O_5S$  : 402.51

5 Monopotassium(2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-

6 [(2*RS*)-2-phenoxypropanoylamino]-4-thia-1-

7 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

8 [132-93-4]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり1400～  
10 1480単位を含む。ただし、本品の力価は、フェネチシリン  
11 カリウム( $C_{17}H_{19}KN_2O_5S$ )としての量を単位で示し、その1単  
12 位はフェネチシリンカリウム( $C_{17}H_{19}KN_2O_5S$ )0.68 $\mu$ gに対応  
13 する。

14 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

15 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→5000)につき、紫外可視吸光度測定  
18 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  
19 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
20 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品はカリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +217～+244°(乾燥物に換算したも  
27 の1g, リン酸塩試液100mL, 100mm)。

28 L- $\alpha$ -フェネチシリンカリウム 本品50mgを移動相に溶か  
29 して50mLとし、試料溶液とする。試料溶液10 $\mu$ Lにつき、次  
30 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
31 D- $\alpha$ -フェネチシリン及びL- $\alpha$ -フェネチシリンのピー  
32 ク面積 $A_D$ 及び $A_L$ を自動積分法により測定するとき、 $A_L/(A_D$   
33  $+A_L)$ は0.50～0.70である。

34 試験条件

35 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

36 カラム：内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
37 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
38 カゲルを充てんする。

39 カラム温度：30℃付近の一定温度

40 移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(1→150)/アセ  
41 トニトリル混液(41：10)にリン酸を加えてpH7.0に調  
42 整する。

43 流量：L- $\alpha$ -フェネチシリンの保持時間が約25分にな  
44 るように調整する。

45 システム適合性

46 システムの性能：試料溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
47 操作するとき、D- $\alpha$ -フェネチシリン, L- $\alpha$ -

48 フェネチシリンの順に溶出し、その分離度は1.5以上で  
49 ある。

50 システムの再現性：試料溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
51 で試験を6回繰り返すとき、L- $\alpha$ -フェネチシリン  
52 のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

53 純度試験

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

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

59 (3) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
60 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
61 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
62 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
63 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
64 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のD- $\alpha$ -  
65 フェネチシリン及びL- $\alpha$ -フェネチシリン以外のピークの  
66 合計面積は、標準溶液のD- $\alpha$ -フェネチシリン及びL- $\alpha$ -  
67 フェネチシリンのピーク面積の和の5倍より大きくない。

68 試験条件

69 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量はL- $\alpha$ -  
70 フェネチシリンカリウムの試験条件を準用する。

71 面積測定範囲：L- $\alpha$ -フェネチシリンの保持時間の約  
72 1.5倍の範囲

73 システム適合性

74 システムの性能及びシステムの再現性はL- $\alpha$ -フェネ  
75 チシリンカリウムのシステム適合性を準用する。

76 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
77 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たL- $\alpha$ -  
78 フェネチシリンのピーク面積が、標準溶液のL- $\alpha$ -  
79 フェネチシリンのピーク面積の14～26%になるこ  
80 とを確認する。

81 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.1g, 減圧, 60℃, 3時間)。

82 定量法 本品及び乾燥したフェネチシリンカリウム標準品約  
83 40000単位に対応する量を精密に量り、それぞれをpH6.0の  
84 リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20mLとし、試料溶液及び  
85 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2mLずつを正確に  
86 量り、100mLの共栓フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試  
87 液2.0mLずつを加え、正確に15分間放置した後、それぞれ  
88 に薄めた塩酸(1→10)2.0mL及び0.005mol/Lヨウ素液10mL  
89 を正確に加え、正確に15分間放置する。次に、デンプン試  
90 液0.2～0.5mLを加え、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液  
91 が無色になるまで滴定(2.50)する。別に、試料溶液及び標  
92 準溶液にそれぞれ0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え、  
93 以下、同様に操作して空試験を行い(ただし、15分間放置し  
94 ない)、補正する。試料溶液及び標準溶液の消費した  
95 0.005mol/Lヨウ素液の量(mL)をそれぞれ $V_T$ 及び $V_S$ とする。

96 フェネチシリンカリウム( $C_{17}H_{19}KN_2O_5S$ )の量(単位)

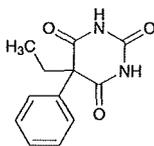
$$97 = M_S \times V_T / V_S$$

98  $M_S$  : フェネチシリンカリウム標準品の秤取量(単位)

99 貯法 容器 密閉容器。

## 1 フェノバルビタール

2 Phenobarbital



3

4  $C_{12}H_{12}N_2O_3$  : 232.245 5-Ethyl-5-phenylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

6 [50-06-6]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フェノバルビタール  
8 ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、  
11 エタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、アセトニトリル  
12 にやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

13 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 本品の飽和水溶液のpHは5.0~6.0である。

## 15 確認試験

16 (1) 本品のpH9.6ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法  
17 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
18 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
19 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 融点(2.60) 175~179°C

## 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶か  
28 すとき、液は無色澄明である。

29 (2) 塩化物(1.03) 本品0.30gをアセトン20mLに溶かし、  
30 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
31 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン  
32 20mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以  
33 下)。

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

37 (4) フェニルバルビツール酸 本品1.0gにエタノール  
38 (95)5mLを加え、3分間煮沸して溶かすとき、液は澄明であ  
39 る。

40 (5) 類縁物質 本品0.10gをアセトニトリル100mLに溶か  
41 し、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、アセトニ  
42 トリルを加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に  
43 量り、アセトニトリルを加えて正確に100mLとし、標準溶  
44 液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、  
45 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
46 い、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  
47 定するとき、試料溶液のフェノバルビタール以外のピークの

48 面積は、標準溶液のフェノバルビタールのピーク面積より大  
49 きくない。

## 50 試験条件

51 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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

55 カラム温度：45°C付近の一定温度

56 移動相：水/アセトニトリル混液(11：9)

57 流量：フェノバルビタールの保持時間が約5分になるよ  
58 うに調整する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフェノバルビター  
60 ルの保持時間の約12倍の範囲

## 61 システム適合性

62 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、アセトニト  
63 リルを加えて正確に20mLとする。この液10μLから  
64 得たフェノバルビタールのピーク面積が、標準溶液の  
65 フェノバルビタールのピーク面積の20~30%になる  
66 ことを確認する。

67 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
68 操作するとき、フェノバルビタールのピークの理論段  
69 数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、  
70 2.0以下である。

71 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
72 で試験を6回繰り返すとき、フェノバルビタールのピー  
73 ク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

74 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

76 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
77 チルホルムアミド50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化カリウ  
78 ム・エタノール液で滴定(2.50)する(指示薬：アリザリンエ  
79 ローGG・チモールフタレイン試液1mL)。ただし、滴定の  
80 終点は液の黄色が黄緑色になるときとする。別に*N,N*-ジ  
81 メチルホルムアミド50mLにエタノール(95)22mLを加えた  
82 液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

83 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL  
84 = 23.22mg  $C_{12}H_{12}N_2O_3$

85 貯法 容器 密閉容器。

1 フェノバルビタール散10%

1 フェノバルビタール散10%

2 10% Phenobarbital Powder

3 フェノバルビタール散

4 本品は定量するとき、フェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> :  
5 232.24)9.3~10.7%を含む。

6 製法

フェノバルビタール	100g
デンプン、乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

7 以上をとり、顆粒剤又は散剤の製法により製する。

8 確認試験

9 (1) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
10 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長238~  
11 242nmに吸収の極大を示す。

12 (2) 本品6gをとり、エタノール150mLを加えてよく振り  
13 混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で約5mLまで濃縮し、  
14 水約50mLを加えて析出した結晶をろ取し、この結晶を  
15 105℃で2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
16 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  
17 フェノバルビタールの参照スペクトルを比較するとき、両者  
18 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  
19 る。

20 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
21 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
22 80%以上である。

23 本品約0.3gを精密に量り、試験を開始し、規定された時間  
24 に溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブラン  
25 フィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
26 5mLを正確に量り、pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化  
27 ナトリウム緩衝液10mLを正確に加え、試料溶液とする。別  
28 に定量用フェノバルビタールを105℃で2時間乾燥し、その  
29 約17mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。  
30 この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとする。  
31 この液5mLを正確に量り、pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・  
32 水酸化ナトリウム緩衝液10mLを正確に加え、標準溶液とす  
33 る。試料溶液及び標準溶液につき、pH9.6のホウ酸・塩化カ  
34 リウム・水酸化ナトリウム緩衝液/水混液(2:1)を対照とし、  
35 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
36 240nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

37 フェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率  
38 (%)

39 
$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 180$$

40 M<sub>S</sub> : 定量用フェノバルビタールの秤取量(mg)

41 M<sub>T</sub> : 本品の秤取量(g)

42 C : 1g中のフェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

43 定量法 本品約0.2gを精密に量り、pH9.6のホウ酸・塩化カリ  
44 ウム・水酸化ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に100mLと  
45 する。この液5mLを正確に量り、pH9.6のホウ酸・塩化カリ  
46 ウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし、  
47 試料溶液とする。別に定量用フェノバルビタールを105℃で

48 2時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、pH9.6のホウ酸・  
49 塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に  
50 100mLとする。この液5mLを正確に量り、pH9.6のホウ  
51 酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に  
52 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
53 き、pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝  
54 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を  
55 行い、波長240nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

56 フェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>

57 M<sub>S</sub> : 定量用フェノバルビタールの秤取量(mg)

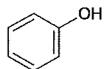
58 貯法 容器 密閉容器。

1 フェノール

1 フェノール

2 Phenol

3 石炭酸



5  $C_6H_6O$  : 94.11

6 Phenol

7 [108-95-2]

8 本品は定量するとき、フェノール( $C_6H_6O$ )98.0%以上を含  
9 む。

10 性状 本品は無色～わずかに赤色の結晶又は結晶性の塊で、特  
11 異なにおいがある。

12 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶け  
13 やすく、水にやや溶けやすい。

14 本品10gに水1mLを加えるとき、液状となる。

15 本品は光又は空気によって徐々に赤色を経て暗赤色となる。

16 本品は皮膚を侵して白くする。

17 凝固点：約40℃

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(III)試液1滴を加  
20 えるとき、液は青紫色を呈する。

21 (2) 本品の水溶液(1→10000)5mLに臭素試液を滴加する  
22 とき、白色の沈殿を生じ、揺り動かすとき、初めは溶け、更  
23 に過量の臭素試液を加えるとき、沈殿は溶けなくなる。

24 純度試験

25 (1) 溶状及び液性 本品1.0gを水15mLに溶かすとき、液  
26 は澄明で、中性又はわずかに酸性を呈し、メチルオレンジ試  
27 液2滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

28 (2) 蒸発残留物 本品約5gを精密に量り、水浴上で蒸発  
29 し、残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は0.05%  
30 以下である。

31 定量法 本品約1.5gを精密に量り、水に溶かし正確に1000mL  
32 とし、この液25mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、正確に  
33 0.05mol/L臭素液30mLを加え、更に塩酸5mLを加え、直ち  
34 に密栓して30分間しばしば振り混ぜ、15分間放置する。次  
35 にヨウ化カリウム試液7mLを加え、直ちに密栓してよく振  
36 り混ぜ、クロロホルム1mLを加え、密栓して激しく振り混  
37 ぜ、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴  
38 定(2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で  
39 空試験を行う。

40 0.05mol/L臭素液1mL=1.569mg  $C_6H_6O$

41 貯法

42 保存条件 遮光して保存する。

43 容器 気密容器。

## 1 液状フェノール

### 1 液状フェノール

#### 2 Liquefied Phenol

#### 3 液状石炭酸

4 本品は「フェノール」に、その10%に相当する「常水」、  
5 「精製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて液状にしたも  
6 のである。

7 本品は定量するとき、フェノール( $C_6H_6O$  : 94.11)88.0%  
8 以上を含む。

9 性状 本品は無色又はわずかに赤色を帯びた液で、特異なにお  
10 いがある。

11 本品はエタノール(95)、ジエチルエーテル又はグリセリン  
12 と混和する。

13 本品とグリセリンの等容量混液は水と混和する。

14 本品は光又は空気によって徐々に暗赤色となる。

15 本品は皮膚を侵して白くする。

16 比重  $d_{20}^{20}$  : 約1.065

#### 17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加  
19 えるとき、液は青紫色を呈する。

20 (2) 本品の水溶液(1→10000)5mLに臭素試液を滴加する  
21 とき、白色の沈殿を生じ、揺り動かすとき、初めは溶け、更  
22 に過量の臭素試液を加えるとき、沈殿は溶けなくなる。

23 沸点 (2.57) 182℃以下。

#### 24 純度試験

25 (1) 溶状及び液性 本品1.0gを水15mLに溶かすとき、液  
26 は澄明で、中性又はわずかに酸性を呈し、メチルオレンジ試  
27 液2滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

28 (2) 蒸発残留物 本品約5gを精密に量り、水浴上で蒸発  
29 し、残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は0.05%  
30 以下である。

31 定量法 本品約1.7gを精密に量り、水に溶かし正確に1000mL  
32 とし、この液25mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、正確に  
33 0.05mol/L臭素液30mLを加え、更に塩酸5mLを加え、直ち  
34 に密栓して30分間しばしば振り混ぜ、15分間放置する。次  
35 にヨウ化カリウム試液7mLを加え、直ちに密栓してよく振  
36 り混ぜ、クロロホルム1mLを加え、密栓して激しく振り混  
37 ぜ、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴  
38 定(2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で  
39 空試験を行う。

40 0.05mol/L臭素液1mL=1.569mg  $C_6H_6O$

#### 41 貯法

42 保存条件 遮光して保存する。

43 容器 気密容器。

## 1 消毒用フェノール

### 1 消毒用フェノール

2 Phenol for Disinfection

3 消毒用石炭酸

4 本品は定量するとき、フェノール( $C_6H_6O$ : 94.11)95.0%  
5 以上を含む。

6 性状 本品は無色～わずかに赤色の結晶、結晶の塊又はこれら  
7 を含む液で、特異なにおいがある。

8 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶け  
9 やすく、水に溶けやすい。

10 本品10gに水1mLを加えるとき、液状となる。

11 本品は皮膚を侵して白くする。

12 凝固点：約30℃

#### 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→100)10mLに塩化鉄(III)試液1滴を加  
15 えるとき、液は青紫色を呈する。

16 (2) 本品の水溶液(1→10000)5mLに臭素試液を滴加する  
17 とき、白色の沈殿を生じ、揺り動かすとき、初めは溶け、更  
18 に過量の臭素試液を加えるとき、沈殿は溶けなくなる。

#### 19 純度試験

20 (1) 溶状 本品1.0gを水15mLに溶かすとき、液は澄明で  
21 ある。

22 (2) 蒸発残留物 本品約5gを精密に量り、水浴上で蒸発  
23 し、残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は0.10%  
24 以下である。

25 定量法 本品約1gを精密に量り、水に溶かし正確に1000mLと  
26 する。この液25mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、正確に  
27 0.05mol/L臭素液30mLを加え、更に塩酸5mLを加え、直ち  
28 に密栓して30分間振り混ぜ、15分間放置する。次にヨウ化  
29 カリウム試液7mLを加え、直ちに密栓してよく振り混ぜ、  
30 遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
31 (2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空  
32 試験を行う。

33 0.05mol/L臭素液1mL=1.569mg  $C_6H_6O$

#### 34 貯法

35 保存条件 遮光して保存する。

36 容器 気密容器。

1 フェノール水

1 フェノール水

2 Phenolated Water

3 石炭酸水

4 本品は定量するとき、フェノール( $C_6H_6O$ : 94.11)1.8~

5 2.3w/v%を含む。

6 製法

液状フェノール	22mL
常水、精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、混和して製する。

8 性状 本品は無色透明の液で、フェノールのにおいがある。

9 確認試験

10 (1) 本品10mLに塩化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は青  
11 紫色を呈する。

12 (2) 本品の水溶液(1→200)5mLに臭素試液を滴加すると  
13 き、白色の沈殿を生じ、揺り動かすとき、初めは溶け、更に  
14 過量の臭素試液を加えるとき、沈殿は溶けなくなる。

15 定量法 本品2mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水25mLを  
16 加え、次に正確に0.05mol/L臭素液40mLを加え、更に塩酸  
17 5mLを加え、直ちに密栓して30分間振り混ぜ、15分間放置  
18 する。次にヨウ化カリウム試液7mLを加え、直ちに密栓し  
19 てよく振り混ぜ、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナト  
20 リウム液で滴定(2.50)する(指示薬: デンプン試液1mL)。  
21 同様の方法で空試験を行う。

22 0.05mol/L臭素液1mL=1.569mg  $C_6H_6O$

23 貯法 容器 気密容器。

1 消毒用フェノール水

1 消毒用フェノール水

2 Phenolated Water for Disinfection

3 消毒用石炭酸水

4 本品は定量するとき、フェノール( $C_6H_6O$ : 94.11)2.8~

5 3.3w/v%を含む。

6 製法

消毒用フェノール	31g
常水、精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、混和して製する。

8 性状 本品は無色澄明の液で、フェノールのにおいがある。

9 確認試験

10 (1) 本品10mLに塩化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は青  
11 紫色を呈する。

12 (2) 本品の水溶液(1→200)5mLにつき、「消毒用フェノ  
13 ール」の確認試験(2)を準用する。

14 定量法 本品5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLと  
15 し、この液25mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、以下「消  
16 毒用フェノール」の定量法を準用する。

17 0.05mol/L臭素液1mL=1.569mg  $C_6H_6O$

18 貯法 容器 気密容器。

1 フェノール・亜鉛華リニメント

1 フェノール・亜鉛華リニメント

2 Phenol and Zinc Oxide Liniment

3 カチリ

4 製法

液状フェノール	22mL
トラガント末	20g
カルメロースナトリウム	30g
グリセリン	30mL
酸化亜鉛	100g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000g

5 「液状フェノール」, 「グリセリン」及び「精製水」又は  
6 「精製水(容器入り)」を混和し, 「トラガント末」を少量ず  
7 つかき混ぜながら加えて, 一夜放置し, これに「カルメロ  
8 スナトリウム」を少量ずつかき混ぜながら加えてのり状とし,  
9 「酸化亜鉛」を少量ずつ加え, リニメント剤の製法により製  
10 する。ただし, 「トラガント末」及び「カルメロースナトリ  
11 ウム」のそれぞれ5g以内の量を互いに増減して, 全量50gと  
12 することができる。

13 性状 本品は白色ののり状で, わずかにフェノールのにおいが  
14 ある。

15 確認試験

16 (1) 本品1gにジエチルエーテル10mLを加えてよく振り混  
17 ぜた後, ろ過する。ろ液に希水酸化ナトリウム試液10mLを  
18 加え, よく振り混ぜて水層を分取する。水層1mLに亜硝酸  
19 ナトリウム試液1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ, 更  
20 に水酸化ナトリウム試液3mLを加えるとき, 液は黄色を呈  
21 する(フェノール)。

22 (2) 本品1gを磁製のつぼにとり, 徐々に温度を高めて炭  
23 化し, 更にこれを強熱するとき, 黄色を呈し, 冷えると色は  
24 消える。残留物に水10mL及び希塩酸5mLを加え, よく振り  
25 混ぜた後, ろ過し, ろ液にヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム試  
26 液2~3滴を加えるとき, 白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛)。

27 (3) 本品0.5gに水1mL及びクロロホルム5mLを加えて振  
28 り混ぜた後, クロロホルム層を分取し, 試料溶液とする。別  
29 にフェノール0.01gをクロロホルム5mLに溶かし, 標準溶液  
30 とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー  
31 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
32 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
33 層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール(99.5)/  
34 アンモニア水(28)混液(50:5:1)を展開溶媒として約10cm  
35 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  
36 するとき, 試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値  
37 は等しい。

38 貯法 容器 気密容器。

1 歯科用フェノール・カンフル

1 歯科用フェノール・カンフル

2 Dental Phenol with Camphor

3 製法

フェノール	35g
<i>d</i> -又は <i>dl</i> -カンフル	65g
全量	100g

4 「フェノール」を加温して溶かし、これに「*d*-カンフ

5 ル」又は「*dl*-カンフル」を加え、混和して製する。

6 性状 本品は無色～淡赤色の液で、特異なおいがある。

7 貯法

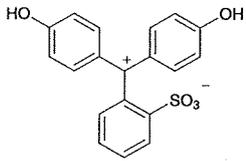
8 保存条件 遮光して保存する。

9 容器 気密容器。

1 フェノールスルホンフタレイン

1 フェノールスルホンフタレイン

2 Phenolsulfonphthalein



3

4  $C_{19}H_{14}O_5S$  : 354.38

5 2-[Bis(4-hydroxyphenyl)methyl]benzenesulfonate

6 [143-74-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フェノールスルホン  
8 フタレイン( $C_{19}H_{14}O_5S$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は鮮赤色～暗赤色の結晶性の粉末である。

10 本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けにくい。

11 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

12 確認試験

13 (1) 本品5mgを水酸化ナトリウム試液2～3滴に溶かし、  
14 0.05mol/L臭素液2mL及び希硫酸1mLを加えてよく振り混ぜ、  
15 5分間放置した後、水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ  
16 性とするとき、液は濃青紫色を呈する。

17 (2) 本品0.01gに薄めた炭酸ナトリウム試液(1→10)を加え  
18 て溶かし、200mLとする。この液5mLをとり、薄めた炭酸  
19 ナトリウム試液(1→10)を加えて100mLとした液につき、紫  
20 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
21 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。

24 純度試験

25 (1) 不溶物 本品約1gを精密に量り、炭酸水素ナトリウ  
26 ム溶液(1→40)20mLを加え、しばしば振り混ぜて1時間放置  
27 した後、水を加えて100mLとし、24時間放置する。不溶物  
28 を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ取し、炭酸水素ナ  
29 トリウム溶液(1→100)25mLで1回及び水5mLずつで5回洗い、  
30 105℃で1時間乾燥するとき、残留物は0.2%以下である。

31 (2) 類縁物質 本品0.10gを希水酸化ナトリウム試液5mL  
32 に溶かし、試料溶液とする。この液0.5mLを正確に量り、希  
33 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし、標準溶  
34 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
35 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつ  
36 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
37 て調製した薄層板にスポットする。次に、*t*-アミルアルコ  
38 ール/酢酸(100)/水混液(4:1:1)を展開溶媒として約  
39 15cm展開した後、薄層板を風乾する。これをアンモニア蒸  
40 気中に放置した後、紫外線(主波長254nm)を照射するとき、  
41 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液か  
42 ら得たスポットより濃くない。

43 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, シリカゲル, 4時間)。

44 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

45 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、ヨウ素瓶  
46 に入れ、水酸化ナトリウム溶液(1→250)30mLに溶かし、水  
47 を加えて200mLとする。これに正確に0.05mol/L臭素液

48 50mLを加え、更に塩酸10mLを速やかに加えて直ちに密栓  
49 し、時々振り混ぜて5分間放置し、次にヨウ化カリウム試液  
50 7mLを加え、直ちに密栓して1分間穏やかに振り混ぜた後、  
51 遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
52 (2.50)する(指示薬:デンプン試液1mL)。同様の方法で空  
53 試験を行う。

54 0.05mol/L臭素液1mL=4.430mg  $C_{19}H_{14}O_5S$

55 貯法 容器 密閉容器。

1 フェノールスルホンフタレイン注射液

1 フェノールスルホンフタレイン注射液

2 Phenolsulfonphthalein Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、フェノールスルホンフタレイン

5 ( $C_{19}H_{14}O_5S$  : 354.38)0.54~0.63w/v%を含む。

6 製法

フェノールスルホンフタレイン	6g
塩化ナトリウム	9g
炭酸水素ナトリウム	1.43g
(又は水酸化ナトリウム)	0.68g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、注射剤の製法により製する。

8 性状 本品はだいたい黄色~赤色澄明の液である。

9 確認試験 本品1mLに水酸化ナトリウム試液2~3滴を加え、

10 以下「フェノールスルホンフタレイン」の確認試験(1)を準  
11 用する。

12 pH (2.54) 6.0~7.6

13 エンドトキシン (4.01) 7.5EU/mg未満。

14 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

15 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

16 不溶性微粒子 (6.07) 第2法により試験を行うとき、適合する。

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

19 感度 本品1.0mLに水5mLを加えた液0.20mLをとり、これに  
20 新たに煮沸して冷却した水50mLを加え、0.01mol/L水酸化  
21 ナトリウム液0.40mLを加えるとき、液は濃赤紫色を呈する。  
22 また、0.005mol/L硫酸0.40mLを追加するとき、液の色は淡  
23 黄色に変わる。

24 定量法 本品5mLを正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液(1  
25 →100)を加えて正確に250mLとする。この液5mLを正確に  
26 量り、無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に  
27 200mLとし、試料溶液とする。別に定量用フェノールスル  
28 ホンフタレインをデシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥し、  
29 その約30mgを精密に量り、無水炭酸ナトリウム溶液(1→  
30 100)に溶かし、正確に250mLとする。この液5mLを正確に  
31 量り、無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に  
32 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
33 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長  
34 559nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

35 フェノールスルホンフタレイン( $C_{19}H_{14}O_5S$ )の量(mg)

$$36 = M_S \times A_T / A_S$$

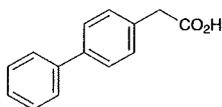
37  $M_S$  : 定量用フェノールスルホンフタレインの秤取量(mg)

38 貯法 容器 密封容器。

1 フェルビナク

1 フェルビナク

2 Felbinac



3

4  $C_{14}H_{12}O_2$  : 212.24

5 Biphenyl-4-ylacetic acid

6 [5728-52-9]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フェルビナク  
8 ( $C_{14}H_{12}O_2$ )98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 確認試験

13 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき、紫外  
14 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
15 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
16 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
17 認める。

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

22 融点 (2.60) 163~166°C

23 純度試験

24 (1) 塩化物 (1.03) 本品1.0gをアセトン40mLに溶かし、  
25 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
26 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにアセトン  
27 40mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.011%以  
28 下)。

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

32 (3) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
33 料溶液とする。この液2mLを正確に量り、アセトンを加え  
34 て正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、アセト  
35 ンを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液  
36 につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
37 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
38 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  
39 トする。次にヘプタン/アセトン/酢酸(100)混液(50 : 25 :  
40 1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。  
41 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
42 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  
43 トより濃くない。

44 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105°C, 3時間)。

45 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

46 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  
47 50mLに溶かし、更に水15mLを加え、0.1mol/L水酸化ナト  
48 リウム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空

49 試験を行い、補正する。

50 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=21.22mg  $C_{14}H_{12}O_2$

51 貯法 容器 気密容器。

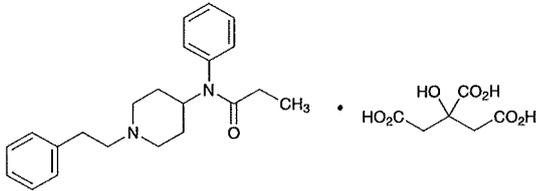
1 フェンタニルクエン酸塩

1 フェンタニルクエン酸塩

2 Fentanyl Citrate

3 クエン酸フェンタニール

4 クエン酸フェンタニル



5

6  $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$  : 528.59

7 *N*-(1-Phenethylpiperidin-4-yl)-*N*-phenylpropanamide

8 monocitrate

9 [990-73-8]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、フェンタニ  
11 ルクエン酸塩( $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、水又はエ  
14 タノール(95)にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて  
15 溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品0.05gを0.1mol/L塩酸試液10mL及びエタノール  
18 (95)に溶かし、100mLとした液につき、紫外可視吸光度測  
19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
20 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

26 (3) 本品の水溶液(1→100)はクエン酸塩の定性反応(1)  
27 (1.09)を呈する。

28 pH(2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.0～  
29 5.0である。

30 融点(2.60) 150～154°C

31 純度試験

32 (1) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(20ppm以  
34 下)。

35 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試  
36 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
37 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
38 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
39 料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シ  
40 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-  
41 ブタノール/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として  
42 約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラ  
43 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  
44 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  
45 り濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.2g, 減圧, シリカゲル, 60°C,

47 2時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.5g)。

49 定量法 本品約75mgを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、  
50 0.02mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様  
51 の方法で空試験を行い、補正する。

52 0.02mol/L過塩素酸1mL=10.57mg  $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$

53 貯法

54 保存条件 遮光して保存する。

55 容器 気密容器。

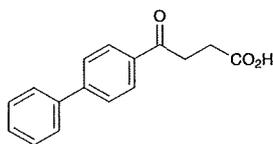
1 フェンブフェン

1 フェンブフェン

2 Fenbufen

48 =25.43mg C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>

49 貯法 容器 気密容器.



3

4 C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> : 254.28

5 4-(Biphenyl-4-yl)-4-oxobutanoic acid

6 [36330-85-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フェンブフェン

8 (C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>)98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、味は苦い。

10 本品はアセトンにやや溶けにくく、メタノール、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 融点：約188℃(分解)。

14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

20 (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長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、硫酸2mLを加え、弱く加熱して炭化する。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(10ppm以下)。

28 (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)。

30 (3) 類縁物質 本品0.1gを、アセトン20mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/水混液(80:20:3)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。

41 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(1g, 105℃, 3時間)。

42 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

43 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、エタノール(99.5)100mLに溶かし、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)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

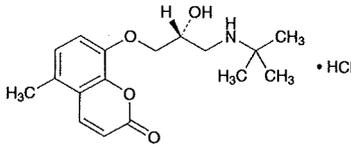
47 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL

1 ブクモロール塩酸塩

1 ブクモロール塩酸塩

2 Bucumolol Hydrochloride

3 塩酸ブクモロール



5  $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$  : 341.83

6 8-{(2*R*S)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-

7 hydroxypropoxy}-5-methylchromen-2-one

8 monohydrochloride

9 [36556-75-9]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ブクモロール塩酸塩  
11 ( $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水に溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)に  
14 やや溶けにくく、酢酸(100)に溶けにくく、ジエチルエーテ  
15 ルにほとんど溶けない。

16 融点：約228°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品0.01gを薄めたエタノール(1→2)10mLに溶かした  
19 液に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、黄緑色の蛍光を  
20 発する。この液に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性  
21 にするとき、蛍光は消える。更にこの液に希塩酸を加えて酸  
22 性とするとき、再び蛍光を発する。

23 (2) 本品0.1gを水5mLに溶かし、ライネッケ塩試液5滴を  
24 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

25 (3) 本品の水溶液(1→60000)につき、紫外可視吸光度測  
26 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
27 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
28 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
30 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  
31 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
32 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

33 (5) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
34 する。

35 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$ (296nm) : 330~360(乾燥後, 40mg, 水,  
36 2500mL)。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色～  
39 微黄色澄明である。

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

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

45 (4) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
46 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
47 加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、メタ

48 ノールを加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。これら  
49 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
50 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  
51 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  
52 ポットする。次にメタノール/pH10.7のアンモニア・塩化  
53 アンモニウム緩衝液混液(30 : 1)を展開溶媒として約12cm展  
54 開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)  
55 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  
56 トは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

57 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 5時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
60 (100)45mLを加え、60°Cに加温して溶かし、冷後、無水酢  
61 酸105mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
62 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

63 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.18mg  $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

64 貯法 容器 密閉容器。

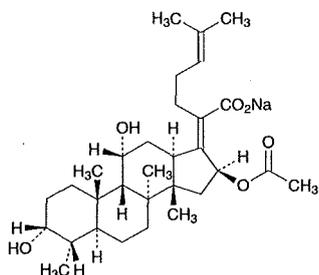
1 フシジン酸ナトリウム

1 フシジン酸ナトリウム

2 Sodium Fusidate

44 保存条件 遮光して、2~8℃で保存する。

45 容器 気密容器。



4  $C_{31}H_{47}NaO_6$  : 538.69

5 Monosodium(17Z)-ent-16 $\alpha$ -acetoxy-3 $\beta$ ,11 $\beta$ -dihydroxy-

6 4 $\beta$ ,8 $\beta$ ,14 $\alpha$ -trimethyl-18-nor-5 $\beta$ ,10 $\alpha$ -cholesta-17(20),24-

7 dien-21-oate

8 [751-94-0]

9 本品は、*Fusidium coccineum*の培養によって得られる抗  
10 細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である。

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり935~  
12 969 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、フシジン酸  
13 ( $C_{31}H_{48}O_6$  : 516.71)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

15 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

16 確認試験

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

21 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

22 純度試験 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作  
23 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
24 (10ppm以下)。

25 水分(2.48) 2.0%以下(1g、容量滴定法、直接滴定)。

26 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
27 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

28 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い  
29 る。

30 (ii) 培地 培地(1)の3)のiiを用いる。

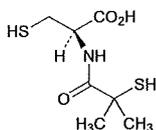
31 (iii) 標準溶液 フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準  
32 品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、エタノール  
33 (95)2mLに溶かし、水を加えて正確に20mLとし、標準原液  
34 とする。標準原液は5℃以下に保存し、7日以内に使用する。  
35 用時、標準原液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液  
36 を加えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)及び1 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、  
37 高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

38 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
39 り、水に溶かして正確に20mLとする。この液適量を正確に  
40 量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)  
41 及び1 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃  
42 度試料溶液とする。

43 貯法

## 1 ブシラミン

## 2 Bucillamine



3

4  $C_7H_{13}NO_3S_2$  : 223.315 (2*R*)-2-(2-Methyl-2-sulfanylpropanoylamino)-3-

6 sulfanylpropanoic acid

7 [65002-17-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ブシラミン  
9 ( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に  
12 溶けにくい。

## 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→250)5mLに水酸化ナトリウム試液  
15 2mLを加え、次にペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウ  
16 ム試液2滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

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

21 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +33.0~+36.5°(乾燥後, 2g, エタ  
22 ノール(95), 50mL, 100mm)。

23 融点(2.60) 136~140°C

## 24 純度試験

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

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

30 (3) 類縁物質 本品60mgを水/メタノール混液(1 :  
31 1)20mLに溶かし、試料溶液とする。この液3mLを正確に量  
32 り、水/メタノール混液(1 : 1)を加えて正確に200mLとし、  
33 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確に  
34 とり、直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
35 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  
36 分法により測定するとき、試料溶液のブシラミンに対する相  
37 対保持時間約2.3及び相対保持時間約3.1のピーク面積は、そ  
38 れぞれ標準溶液のブシラミンのピーク面積の8/15及び2/5  
39 より大きくなく、試料溶液のブシラミン及び上記のピーク以  
40 外のピークの面積は、標準溶液のブシラミンのピーク面積の  
41 1/5より大きくない。また、試料溶液のブシラミン以外の  
42 ピークの合計面積は、標準溶液のブシラミンのピーク面積よ  
43 り大きくない。

## 44 試験条件

45 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

46 カラム : 内径6.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
48 リカゲルを充てんする。

49 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

50 移動相 : 0.01mol/Lクエン酸試液/メタノール混液(1 :  
51 1)52 流量 : ブシラミンの保持時間が約5分になるように調整  
53 する。54 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からブシラミンの保持  
55 時間の約7倍の範囲

## 56 システム適合性

57 検出の確認 : 標準溶液1mLを正確に量り、水/メタノ  
58 ール混液(1 : 1)を加え、正確に10mLとする。この液  
59 20 $\mu$ Lから得たブシラミンのピーク面積が、標準溶液  
60 のブシラミンのピーク面積の7~13%になることを確  
61 認する。

62 システムの性能 : ブシラミン0.10g及び4-フルオロ安  
63 息香酸10mgをメタノール100mLに溶かす。この液  
64 10mLに水を加えて50mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、  
65 上記の条件で操作するとき、ブシラミン、4-フルオ  
66 ロ安息香酸の順に溶出し、その分離度は3以上である。  
67 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
68 で試験を6回繰り返すとき、ブシラミンのピーク面積  
69 の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
71 6時間)。

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

73 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、メタノ  
74 ル35mLに溶かし、水15mLを加え、0.05mol/Lヨウ素液で滴  
75 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
76 補正する。

77 0.05mol/Lヨウ素液1mL=11.17mg  $C_7H_{13}NO_3S_2$ 

78 貯法 容器 気密容器。

## 1 ブシラミン錠

## 2 Bucillamine 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 ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ : 223.31)を含む。

5 製法 本品は「ブシラミン」をとり、錠剤の製法により製する。  
6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ブシラミン」0.1gに  
8 対応する量を取り、炭酸水素ナトリウム0.1g及び水10mLを  
9 加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液にニンヒドリン試液1  
10 ～2滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

11 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「ブシラミン」0.1gに  
12 対応する量を取り、水25mLを加えてよく振り混ぜ、ろ過す  
13 る。ろ液5mLに希水酸化ナトリウム試液2mL及びペンタシ  
14 アノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液1～2滴を加えるとき、  
15 液は赤紫色を呈する。

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

18 試料溶液及び標準溶液は、調製後冷所に保存する。本品1  
19 個をとり、ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )0.1g当たり内標準溶液  
20 1mLを正確に加えた後、ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )0.1g当  
21 たり水3mL及びメタノール6mLを加え、錠剤が完全に崩壊す  
22 るまでよくかき混ぜる。この液1mLをとり、移動相を加え  
23 て25mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターで  
24 ろ過し、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

25 ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )の量(mg)

$$26 = M_S \times Q_T / Q_S \times C \times 1/200$$

27  $M_S$ : 定量用ブシラミンの秤取量(mg)

28  $C$ : 1錠中のブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )の表示量(mg)

29 内標準溶液 4-フルオロ安息香酸のメタノール溶液(1→  
30 100)

31 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
32 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
33 80%以上である。

34 試料溶液及び標準溶液は、調製後冷所に保存する。本品1  
35 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液20mL以  
36 上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過  
37 する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。  
38 別に定量用ブシラミンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で  
39 6時間減圧乾燥し、表示量に対応する量を精密に量り、メタ  
40 ノールに溶かし、正確に10mLとする。この液1mLを正確に  
41 量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試  
42 料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液  
43 体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、ブシラミ  
44 ンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

45 ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$46 = M_S \times A_T / A_S \times 1/C \times 90$$

47  $M_S$ : 定量用ブシラミンの秤取量(mg)

48  $C$ : 1錠中のブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )の表示量(mg)

49 試験条件

50 検出器、カラム、カラム温度は定量法の試験条件を準用  
51 する。

52 移動相: 薄めたリン酸(1→1000)/メタノール混液(11:  
53 9)

54 流量: ブシラミンの保持時間が約4分になるように調整  
55 する。

56 システム適合性

57 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
58 操作するとき、ブシラミンのピークの理論段数及びシ  
59 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下で  
60 ある。

61 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
62 で試験を6回繰り返すとき、ブシラミンのピーク面積  
63 の相対標準偏差は2.0%以下である。

64 定量法 試料溶液及び標準溶液は、調製後冷所に保存する。本  
65 品10個をとり、ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )0.1g当たり内標準  
66 溶液1mLを正確に加え、更に水3mL及びメタノール6mLを  
67 加え、錠剤が完全に崩壊するまでよくかき混ぜる。この液  
68 1mLをとり、移動相を加えて25mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以下  
69 のメンブランフィルターでろ過し、試料溶液とする。別に定  
70 量用ブシラミンを酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で6時間  
71 減圧乾燥し、その約0.2gを精密に量り、内標準溶液2mLを  
72 正確に加えた後、水6mL及びメタノール12mLを加えて溶か  
73 す。この液1mLをとり、移動相を加えて25mLとし、孔径  
74 0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過し、標準溶液と  
75 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
76 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質  
77 のピーク面積に対するブシラミンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び  
78  $Q_S$ を求める。

79 ブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )の量(mg)

$$80 = M_S \times Q_T / Q_S \times C \times 1/200$$

81  $M_S$ : 定量用ブシラミンの秤取量(mg)

82  $C$ : 1錠中のブシラミン( $C_7H_{13}NO_3S_2$ )の表示量(mg)

83 内標準溶液 4-フルオロ安息香酸のメタノール溶液(1→  
84 100)

85 試験条件

86 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

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

90 カラム温度: 40℃付近の一定温度

91 移動相: 薄めたリン酸(1→1000)/メタノール混液(3:  
92 2)

93 流量: ブシラミンの保持時間が約5分になるように調整  
94 する。

95 システム適合性

96 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
97 操作するとき、ブシラミン、内標準物質の順に溶出し、  
98 その分離度は3以上である。

99 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ L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 に対するブシラミンのピーク面積の比の相対標準偏差

## 2 プシラミン錠

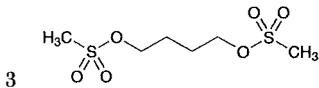
102           は1.0%以下である。

103 貯法 容器 気密容器。

1 ブスルファン

1 ブスルファン

2 Busulfan



4  $C_6H_{14}O_6S_2$  : 246.30

5 Tetramethylenedimethanesulfonate

6 [55-98-1]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ブスルファン  
8 ( $C_6H_{14}O_6S_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品はジエチルエーテルに溶けにくく、エタノール(95)に  
11 極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

12 確認試験

13 (1) 本品0.1gに水10mL及び水酸化ナトリウム試液を5mL  
14 を加え、加熱して溶かし、試料溶液とする。

15 (i) 試料溶液7mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加え  
16 るとき、試液の赤紫色は、青紫色から青色を経て緑色に変わ  
17 る。

18 (ii) 試料溶液7mLに希硫酸を加えて酸性とした後、過マン  
19 ガン酸カリウム試液1滴を加えるとき、試液の色は変化しな  
20 い。

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

25 融点 (2.60) 115~118°C

26 純度試験

27 (1) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0gに水40mLを加え、加熱して  
28 溶かし、15分間氷冷した後、ろ過する。残留物を水5mLで  
29 洗い、洗液をろ液に合わせ、希塩酸1mL及び水を加えて  
30 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には  
31 0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%以下)。

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

35 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
36 4時間)。

37 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

38 定量法 本品約0.2gを精密に量り、水40mLを加え、還流冷却  
39 器を付けて30分間穏やかに煮沸し、冷後、0.1mol/L水酸化  
40 ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬: フェノールフタレ  
41 イン試液3滴)。

42 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=12.32mg  $C_6H_{14}O_6S_2$

43 貯法

44 保存条件 遮光して保存する。

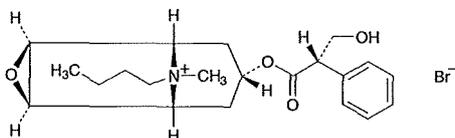
45 容器 密閉容器。

1 ブチルスコポラミン臭化物

1 ブチルスコポラミン臭化物

2 Scopolamine Butylbromide

3 臭化ブチルスコポラミン



5 C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>BrNO<sub>4</sub> : 440.37

6 (1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*S*)-9-Butyl-7-[(2*S*)-3-hydroxy-2-

7 phenylpropanoyloxy]-9-methyl-3-oxa-9-

8 azoniatricyclo[3.3.1.0<sup>2,4</sup>]nonane bromide

9 [149-64-4]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ブチルスコポラミン  
11 臭化物(C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>BrNO<sub>4</sub>)98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)に溶けやすく、  
14 エタノール(95)にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けに  
15 く、無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど  
16 溶けない。

17 融点：約140℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品1mgに発煙硝酸3～4滴を加え、水浴上で蒸発乾  
20 固する。冷後、残留物を*N,N*-ジメチルホルムアミド1mL  
21 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  
22 を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

23 (2) 本品の水溶液(1→1000)につき、紫外可視吸光度測定  
24 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  
25 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
26 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
28 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  
29 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
30 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

31 (4) 本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応(1.09)を呈  
32 する。

33 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -18.0～-20.0°(乾燥後, 1g, 水,  
34 10mL, 100mm)。

35 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.5～  
36 6.5である。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
39 その色は次の比較液より濃くない。

40 比較液：色の比較液F0.5mLに薄めた塩酸(1→40)を加えて  
41 20mLとする。

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

45 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相に溶かして正確に  
46 10mLとし、試料溶液とする。別に臭化水素酸スコポラミン  
47 10mgを移動相に溶かして正確に100mLとする。この液

48 10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標  
49 準溶液(1)とする。標準溶液(1)5mLを正確に量り、移動相を  
50 加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)とする。試料溶液、標  
51 準溶液(1)及び標準溶液(2)20μLずつを正確にとり、次の条件  
52 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それ  
53 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  
54 き、試料溶液のスコポラミンのピーク面積は、標準溶液(2)  
55 のピーク面積より大きくない。また、試料溶液の最初に溶出  
56 するピーク並びにスコポラミン及びブチルスコポラミン以外  
57 のピークの面積は、それぞれ標準溶液(1)のピーク面積より  
58 大きくない。

59 試験条件

60 検出器：紫外吸光度計(測定波長：210nm)

61 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に10  
62 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シ  
63 リカゲルを充てんする。

64 カラム温度：30℃付近の一定温度

65 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2gを水370mL及びメ  
66 タノール680mLに溶かした後、薄めたリン酸(1→10)  
67 を加えてpH3.6に調整する。

68 流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約7分になるよ  
69 うに調整する。

70 面積測定範囲：ブチルスコポラミンの保持時間の約2倍  
71 の範囲

72 システム適合性

73 システムの性能：本品及び臭化水素酸スコポラミン5mg  
74 ずつを移動相50mLに溶かす。この液20μLにつき、  
75 上記の条件で操作するとき、スコポラミン、ブチルス  
76 コポラミンの順に溶出し、その分離度は5以上である。  
77 システムの再現性：標準溶液(2)20μLにつき、上記の条  
78 件で試験を6回繰り返すとき、スコポラミンのピーク  
79 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

80 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 4時間)。

81 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

82 定量法 本品を乾燥し、その約0.8gを精密に量り、酢酸  
83 (100)40mL及び無水酢酸30mLを加えて溶かし、0.1mol/L過  
84 塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試  
85 験を行い、補正する。

86 0.1mol/L過塩素酸1mL=44.04mg C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>BrNO<sub>4</sub>

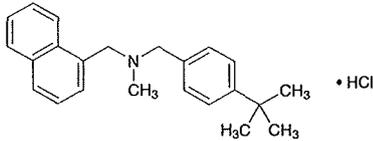
87 貯法 容器 気密容器。

1 ブテナフィン塩酸塩

1 ブテナフィン塩酸塩

2 Butenafine Hydrochloride

3 塩酸ブテナフィン



5  $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$  : 353.93

6 *N*-[4-(1,1-Dimethylethyl)benzyl]-*N*-methyl-1-(naphthalen-1-yl)

7 methylamine monohydrochloride

8 [101827-46-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ブテナフィン塩酸塩  
10 ( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール  
13 (99.5)に溶けやすく、水に溶けにくい。

14 本品0.20gを水100mLに加温して溶かし、冷却した液の  
15 pHは3.0~4.0である。

16 融点：約214°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→40000)につき、紫外可視  
19 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
21 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
22 る。

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

27 (3) 本品の希エタノール溶液(1→200)は塩化物の定性反応  
28 (1)(1.09)を呈する。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、エタノール  
31 (99.5)20mLに溶かし、希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を  
32 加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液  
33 は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及びエタノール(99.5)を加え  
34 て50mLとする(10ppm以下)。

35 (2) 類縁物質 本品30mgを水/液体クロマトグラフィー  
36 用アセトニトリル混液(3:2)50mLに溶かし、試料溶液とす  
37 る。この液1mLを正確に量り、水/液体クロマトグラフィー  
38 用アセトニトリル混液(3:2)を加えて正確に50mLとする。  
39 この液1mLを正確に量り、水/液体クロマトグラフィー用  
40 アセトニトリル混液(3:2)を加えて正確に20mLとし、標準  
41 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、  
42 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
43 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  
44 定するとき、試料溶液のブテナフィンに対する相対保持時間  
45 約0.16のピーク面積は、標準溶液のブテナフィンのピーク面  
46 積の3/10より大きくなく、試料溶液のブテナフィン及び上  
47 記以外のピークの面積は、標準溶液のブテナフィンのピーク

48 面積より大きくない。

49 試験条件

50 検出器：紫外吸光度計(測定波長：217nm)

51 カラム：内径3.0mm、長さ15cmのステンレス管に3μm  
52 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
53 リカゲルを充てんする。

54 カラム温度：40°C付近の一定温度

55 移動相A：薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→  
56 1000)

57 移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 10	60 → 20	40 → 80
10 ~ 60	20	80

60 流量：毎分0.4mL

61 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後60分まで  
62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水/液体ク  
64 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3:2)を加え  
65 て正確に10mLとする。この液10μLから得たブテナ  
66 フィンのピーク面積が、標準溶液のブテナフィンのピー  
67 ク面積の14~26%になることを確認する。

68 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
69 操作するとき、ブテナフィンのピークの理論段数及び  
70 シンメトリー係数は、それぞれ20000段以上、0.9~  
71 1.2である。

72 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、ブテナフィンのピーク面  
74 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

75 乾燥減量(2.41) 0.1%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
76 3時間)。

77 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

78 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、ギ酸5mL  
79 に溶かし、無水酢酸80mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定  
80 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
81 正する。

82 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.39mg  $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$

83 貯法 容器 気密容器。

# 1 ブテナフィン塩酸塩液

## 1 ブテナフィン塩酸塩液

2 Butenafine Hydrochloride Solution

3 塩酸ブテナフィン液

4 本品は外用の液剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
6 ブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ : 353.93)を含む。

7 製法 本品は「ブテナフィン塩酸塩」をとり、外用液剤の製法  
8 により製する。

9 確認試験 本品の表示量に従い「ブテナフィン塩酸塩」10mg  
10 に対応する容量をとり、メタノールを加えて200mLとした  
11 液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペク  
12 トルを測定するとき、波長272～276nm, 281～285nm,  
13 311～315nm及び316～320nmに吸収の極大を示し、波長  
14 289～299nmに吸収の肩を示す。

15 定量法 本品のブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )約20mgに  
16 対応する容量を正確に量り、メタノールを加えて正確に  
17 50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液4mLを  
18 正確に加え、メタノールを加えて25mLとし、試料溶液とす  
19 る。別に定量用ブテナフィン塩酸塩を酸化リン(V)を乾燥剤  
20 として60℃で3時間減圧乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
21 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正  
22 確に量り、内標準溶液4mLを正確に加え、メタノールを加  
23 えて25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
24 5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
25 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するブテナフ  
26 インのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

27 ブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )の量(mg)

$$28 = M_S \times Q_T / Q_S$$

29  $M_S$ : 定量用ブテナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

30 内標準溶液 ジフェニルのメタノール溶液(3→2000)

31 試験条件

32 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 282nm)

33 カラム: 内径3.0mm, 長さ5cmのステンレス管に3 $\mu$ m  
34 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
35 ゲルを充てんする。

36 カラム温度: 40℃付近の一定温度

37 移動相: アセトニトリル/薄めた0.5mol/L酢酸アンモ  
38 ニウム試液(1→500)混液(4: 1)

39 流量: ブテナフィンの保持時間が約2.5分になるように  
40 調整する。

41 システム適合性

42 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
43 作するとき、内標準物質、ブテナフィンの順に溶出し、  
44 その分離度は6以上である。

45 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
46 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
47 対するブテナフィンのピーク面積の比の相対標準偏差  
48 は1.0%以下である。

49 貯法

50 保存条件 遮光して保存する。

51 容器 気密容器。

1 ブテナフィン塩酸塩クリーム

1 ブテナフィン塩酸塩クリーム

2 Butenafine Hydrochloride Cream

3 塩酸ブテナフィンクリーム

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 ブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ ; 353.93)を含む。

6 製法 本品は「ブテナフィン塩酸塩」をとり、クリーム剤の製  
7 法により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「ブテナフィン塩酸塩」20mg  
9 に対応する量を取り、アセトニトリル20mLを加えて水浴上  
10 で加温し、基剤を融解させる。これをよく振り混ぜた後、適  
11 量の塩化ナトリウムを加えて0℃以下に保った氷水中に30分  
12 間放置し、基剤を析出させる。これを遠心分離した後、上澄  
13 液をとり、適量の塩化ナトリウムを加えて0℃以下に保った  
14 氷水中に1時間放置し、冷時ろ過する。ろ液1mLにメタノー  
15 ルを加えて20mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法  
16 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長272～  
17 276nm, 281～285nm, 311～315nm及び316～320nmに吸  
18 収の極大を示し、波長289～299nmに吸収の肩を示す。

19 定量法 本品のブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )約5mgに  
20 対応する量を精密に量り、メタノール20mLを加え、内標準  
21 溶液10mLを正確に加える。これを水浴中で5分間加温した  
22 後、20分間激しく振り混ぜる。次に15分間氷冷した後、遠  
23 心分離し、上澄液を孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
24 ーでろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液を試料溶  
25 液とする。別に定量用ブテナフィン塩酸塩を酸化リン(V)を  
26 乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し、その約25mgを精密  
27 に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この  
28 液20 mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、標  
29 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件  
30 で液体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、内標  
31 準物質のピーク面積に対するブテナフィンのピーク面積の比  
32  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

33 ブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )の量(mg)

34 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

35  $M_S$ : 定量用ブテナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

36 内標準溶液 ジフェニルのメタノール溶液(3→2000)

37 試験条件

38 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 282nm)

39 カラム: 内径3.0mm, 長さ5cmのステンレス管に3 $\mu$ m  
40 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
41 ゲルを充てんする。

42 カラム温度: 40℃付近の一定温度

43 移動相: アセトニトリル/薄めた0.5mol/L酢酸アンモ  
44 ニウム試液(1→500)混液(4: 1)

45 流量: ブテナフィンの保持時間が約2.5分になるように  
46 調整する。

47 システム適合性

48 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
49 作するとき、内標準物質、ブテナフィンの順に溶出し、  
50 その分離度は6以上である。

51 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

52 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
53 対するブテナフィンのピーク面積の比の相対標準偏差  
54 は1.0%以下である。

55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

## 1 ブテナフィン塩酸塩スプレー

### 1 ブテナフィン塩酸塩スプレー

2 Butenafine Hydrochloride Spray

3 塩酸ブテナフィンスプレー

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 ブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ ; 353.93)を含む。

6 製法 本品は「ブテナフィン塩酸塩」をとり、ポンプスプレー  
7 剤の製法により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「ブテナフィン塩酸塩」10mg  
9 に対応する容量をとり、メタノールを加えて200mLとした  
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272～276nm, 281～285nm,  
12 311～315nm及び316～320nmに吸収の極大を示し、波長  
13 289～299nmに吸収の肩を示す。

14 定量法 本品のブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )約20mgに  
15 対応する容量を正確に量り、メタノールを加えて正確に  
16 50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液4mLを  
17 正確に加え、メタノールを加えて25mLとし、試料溶液とす  
18 る。別に定量用ブテナフィン塩酸塩を酸化リン(V)を乾燥剤  
19 として60℃で3時間減圧乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
20 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正  
21 確に量り、内標準溶液4mLを正確に加え、メタノールを加  
22 えて25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
23 5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
24 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するブテナフ  
25 インのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

26 ブテナフィン塩酸塩( $C_{23}H_{27}N \cdot HCl$ )の量(mg)

$$27 = M_S \times Q_T / Q_S$$

28  $M_S$ : 定量用ブテナフィン塩酸塩の秤取量(mg)

29 内標準溶液 ジフェニルのメタノール溶液(3→2000)

30 試験条件

31 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 282nm)

32 カラム: 内径3.0mm, 長さ5cmのステンレス管に3 $\mu$ m  
33 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
34 ゲルを充てんする。

35 カラム温度: 40℃付近の一定温度

36 移動相: アセトニトリル/薄めた0.5mol/L酢酸アンモ  
37 ニウム試液(1→500)混液(4:1)

38 流量: ブテナフィンの保持時間が約2.5分になるように  
39 調整する。

40 システム適合性

41 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
42 作するとき、内標準物質、ブテナフィンの順に溶出し、  
43 その分離度は6以上である。

44 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
45 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
46 対するブテナフィンのピーク面積の比の相対標準偏差  
47 は1.0%以下である。

48 貯法

49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 気密容器。

# 1 ブドウ酒

## 1 ブドウ酒

### 2 Wine

本品はブドウ *Vitis vinifera* Linné (*Vitaceae*)又はその他の品種の果実を発酵して得た果実酒である。

本品は定量するとき、エタノール( $C_2H_6O$ : 46.07)11vol%以上、14vol%未満(比重による)及び酒石酸( $C_4H_6O_6$ : 150.09)0.10~0.40w/v%を含む。

本品は合成甘味料及び合成着色料を含まない。

**性状** 本品は淡黄色又は帯赤紫色~赤紫色の液で、特異な芳香があり、味はわずかに渋く、やや刺激性である。

**比重** (2.56)  $d_{20}^{20}$ : 0.990~1.010

**旋光度** (2.49) 本品160mLを加熱して沸騰したとき、水酸化カリウム試液を加えて中性とした後、水浴上で加熱濃縮して80mLとする。冷後、水を加えて160mLとし、次酢酸鉛試液16mLを加え、よく振り混ぜてろ過する。ろ液100mLに硫酸ナトリウム飽和溶液10mLを加え、よく振り混ぜてろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液20mLを24時間放置した後、活性炭0.5gを加えて振り混ぜ、密栓して10分間放置してろ過する。ろ液につき、層長200mmで旋光度を測定する。この旋光度に1.21を乗じて本品の旋光度とすると、 $-0.3 \sim +0.3^\circ$ である。

### 22 純度試験

(1) 総酸[酒石酸( $C_4H_6O_6$ )として] 本品10mLを正確に量り、新たに煮沸して冷却した水250mL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1mL)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=7.504mg  $C_4H_6O_6$

総酸の量は0.40~0.80w/v%である。

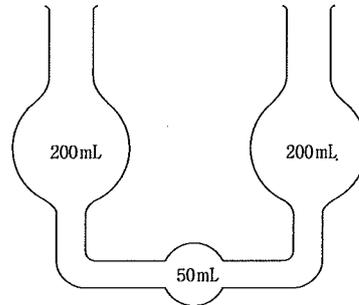
(2) 揮発酸[酢酸( $C_2H_4O_2$ : 60.05)として] 本品100mLをビーカーにとり、(1)の試験に要した0.1mol/L水酸化ナトリウム液の消費量に1mLを加えた容量の1mol/L水酸化ナトリウム液を加えてアルカリ性とし、50mLとなるまで水浴上で加熱濃縮する。冷後、水を加えて全量を100mLとし、これをあらかじめ塩化ナトリウム100gを加えた1000mLの蒸留フラスコに入れ、次に水100mLでビーカーを洗い、洗液は蒸留フラスコに合わせる。これにL-酒石酸溶液(3→20)5mLを加え、蒸留フラスコ中の液量が増減しないように注意して45分間で留液450mLを得るまで水蒸気蒸留を行う。留液に水を加えて正確に500mLとし、試料溶液とする。試料溶液250mLをとり、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=6.005mg  $C_2H_4O_2$

揮発酸の量は0.15w/v%以下である。

(3) 二酸化イオウ 750mLの丸底フラスコに2孔のある栓をし、その1孔にはフラスコの底部にほとんど達するガラス管Aを、他の1孔にはフラスコの首のところで終わるガラス管Bを挿入する。B管はリービッヒ冷却管に連結し、冷却器の先端は下端の内径5mmの接続管に、接続管の他端はゴム栓に穴をあけて図のような球付きU字管に連結する。A管か

ら過マンガン酸カリウム溶液(3→100)で洗った二酸化炭素を通じ、装置内の空気を置換した後、U字管に、新たに製した薄めたデンプン試液(1→5)50mL及びヨウ化カリウム1gを加え、U字管の他端からビュレットを用い、0.01mol/Lヨウ素液1~2滴を加える。二酸化炭素を通じながら蒸留フラスコの栓を少し開き、本品25mLを正確に量って加え、更に新たに煮沸して冷却した水180mL、タンニン酸0.2g及びリン酸30mLを加え、栓を閉じ、更に二酸化炭素を15分間通じた後、蒸留フラスコを注意して加熱し、1分間に留液40~50滴を得るような速度で蒸留する。このとき、U字管のデンプン試液が脱色したときは、ビュレットから0.01mol/Lヨウ素液を滴加し、デンプン試液の呈色が淡青色~青色を常に保つようにする。留液が蒸留し始めてから正確に60分間経過したときの0.01mol/Lヨウ素液の消費量を読みとる。ただし、0.01mol/Lヨウ素液1滴によるデンプン試液の呈色は1分間以上持続するものとする。



67

68 0.01mol/Lヨウ素液1mL=0.6406mg  $SO_2$

69 二酸化イオウ( $SO_2$ : 64.06)の量は7.5mg以下である。

(4) 総硫酸 本品10mLをビーカーにとり、加熱して沸騰させ、塩化バリウム二水合物5.608g及び塩酸50mLに水を加えて1000mLとした液50mLを加え、ふたをし、蒸発する水を補いながら水浴上で2時間加熱し、冷後、遠心分離して上澄液を別のビーカーに傾斜し、この液に希硫酸1~2滴を加え、1時間放置するとき、白色の沈殿を生じる。

(5) ヒ素 (1.11) 本品10mLを水浴上で蒸発乾固した後、残留物につき、第3法により検液を調製し、試験を行う(0.2ppm以下)。

(6) グリセリン 本品100mLを正確に量り、150mLの磁製皿に入れ、水浴上で加熱濃縮して10mLとし、海砂(1号)1gを加えて混ぜ、水酸化カルシウム4gに水6mLを加えた混合物を加えて強アルカリ性とし、絶えずかき混ぜて皿の内側に生じる付着物をはがしながら水浴上で蒸発し、軟塊とする。冷後、エタノール(99.5)5mLを加えてすり混ぜ、かゆ状とする。これを水浴上で加熱し、かき混ぜながらエタノール(99.5)10~12mLを加え、加熱して沸騰させ、100mLのメスフラスコに移し、熱エタノール(99.5)10mLで7回洗い、洗液はメスフラスコに加え、冷後、更にエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。ろ液90mLをとり、水浴上で沸騰しないように加熱して蒸発し、残留物をエタノール(99.5)少量に溶かし、50mLの共栓メスシリンダーに入れ、エタノール(99.5)少量で数回洗い、洗液をフラスコに加えて15mLとする。これに無水ジエチルエーテル7.5mLずつを3回加え、毎回強く振り混ぜて放置し、液

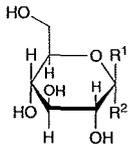
## 2 ブドウ酒

- 95 が全く澄明となったとき、平たいはかり瓶に注入する。メス  
96 シリンダーは無水ジエチルエーテル/エタノール(99.5)混液  
97 (3:2)5mLで洗い、洗液ははかり瓶に移し、水浴上で注意し  
98 て加熱して蒸発し、液が粘稠となったとき、105°Cで1時間  
99 乾燥し、デシケーター(シリカゲル)で放冷し、質量を量る。  
100 その量は0.45~0.90gである。
- 101 (7) 還元糖 旋光度の試料溶液25mLを正確に量り、沸騰  
102 フェーリング試液50mLに加え、更に正確に2分間煮沸する。  
103 析出した沈殿を質量既知のガラスろ過器(G4)を用いて吸引ろ  
104 取し、熱湯、エタノール(95)及びジエチルエーテルで順次洗  
105 い、更に吸引しながら乾燥した後、ろ過管を初め弱く、次に  
106 強く加熱し、沈殿が全く黒色になったとき、デシケーター  
107 (シリカゲル)で放冷し、質量を量り、酸化銅(II)の量とする。  
108 その量は0.325g以下である。
- 109 (8) ショ糖 旋光度の試料溶液50mLをとり、100mLのフ  
110 ラスコに入れ、薄めた塩酸(1→30)を加えて中性とし、更に  
111 薄めた塩酸(1→30)5mLを加え、水浴中で30分間加熱し、冷  
112 後、水酸化カリウム溶液(1→100)を加えて中性とし、炭酸ナ  
113 トリウム試液4滴を加え、100mLのメスフラスコにろ過し、  
114 水で洗い、ろ液、洗液及び水を加えて100mLとする。この  
115 液25mLをとり、沸騰フェーリング試液50mLに加え、以下  
116 (7)と同様に操作して質量を量り、酸化銅(II)の量とする。こ  
117 の酸化銅(II)の量(g)に2を乗じた数から(7)の酸化銅(II)の量  
118 (g)を減じ、これに1.2を乗じた数は0.104(g)以下である。
- 119 (9) 安息香酸、ケイヒ酸又はサリチル酸 (2)の試料溶液  
120 50mLを正確に量り、分液漏斗に入れ、塩化ナトリウム10g  
121 及び希塩酸2mLを加えた後、ジエチルエーテル10mLずつで  
122 3回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水5mLず  
123 ずつで2回洗い、0.1mol/L水酸化ナトリウム液10mLずつで3回  
124 抽出する。アルカリ抽出液を合わせ、水浴上で加温してジエ  
125 チルエーテルを蒸発し、冷後、1mol/L塩酸で中和した後、  
126 塩化カリウム・塩酸緩衝液5mL及び水を加えて正確に50mL  
127 とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照  
128 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、  
129 波長220~340nmにおける吸光度は0.15以下である。
- 130 (10) ホウ酸 本品50mLを磁製皿にとり、これに炭酸ナト  
131 リウム試液5mLを加え、水浴上で蒸発乾固した後、強熱す  
132 る。残留物の半量はホウ酸塩の定性反応(1)(1.09)を呈しな  
133 い。また、残りの半量を塩酸5mLに溶かすとき、液はホウ  
134 酸塩の定性反応(2)(1.09)を呈しない。
- 135 (11) メタノール アルコール数測定法(1.01)の第1法によ  
136 り操作して得たエタノール層1mLを正確に量り、メタノー  
137 ル試験法(1.12)により試験を行うとき、これに適合する。  
138 ただし、炭酸カルシウム0.5gを加えて振り混ぜ、水を加えな  
139 いで蒸留する。
- 140 (12) ホルムアルデヒド 本品25mLに塩化ナトリウム5g及  
141 びL-酒石酸0.2gを加えて蒸留し、留液15mLを得る。留液  
142 5mLにアセチルアセトン試液5mLを混和し、水浴中で10分  
143 間加熱するとき、液の色は次の比較液より濃くない。
- 144 比較液：留液の代わりに水5mLを用い、以下同様に操作  
145 する。
- 146 エキス含量 1.9~3.5w/v%。本品25mLを、105°Cで2.5時間  
147 乾燥した海砂(1号)10gの入った質量既知の200mLのビーカ  
148 ーに正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、105°Cで2時間乾燥  
し、デシケーター(シリカゲル)中で放冷し、質量を量る。
- 149 灰分 0.13~0.40w/v%。本品50mLを正確に量り、質量既知  
150 の磁製皿に入れ、水浴上で蒸発乾固し、更に恒量になるまで  
151 強熱し、冷後、質量を量る。
- 152 定量法
- 153 (1) エタノール 本品を15°Cにおいて100mLのメスフラ  
154 スコに正確に量り、300~500mLのフラスコに移し、このメ  
155 スフラスコを水15mLずつで2回洗い、洗液をフラスコの試  
156 料に加え、フラスコにしぶき止めの付いた蒸留管を連結し、  
157 受器にはそのメスフラスコを用い、蒸留する。留液約  
158 80mL(所要時間は20分前後)を得たとき、蒸留を止め、15°C  
159 の水中に30分間放置した後、15°Cで水を加えて正確に  
160 100mLとし、よく振り混ぜた後、比重及び密度測定法第3法  
161 (2.56)により、15°Cにおける比重を測定するとき、比重 $d_{15}^{15}$   
162 は0.982~0.985である。
- 163 (2) 酒石酸 本品100mLを正確に量り、酢酸(100)2mL、  
164 酢酸カリウム溶液(1→5)0.5mL及び塩化カリウムの粉末15g  
165 を加え、激しくかき混ぜてできるだけ溶かした後、エタノー  
166 ル(95)10mLを加え、1分間ビーカーの内壁を強くこすり、  
167 結晶を析出させ、0~5°Cに15時間以上放置する。結晶を吸  
168 引ろ取し、塩化カリウムの粉末15gを薄めたエタノール(1→  
169 6)120mLに溶かした溶液3mLでビーカー及び結晶を順次洗  
170 う。この操作を5回繰り返し、結晶をろ紙と共に先のビーカ  
171 ーに移し、ろ過器を熱湯50mLで洗い、洗液をビーカーに合  
172 わせ、加熱して結晶を溶かし、直ちに0.2mol/L水酸化ナト  
173 リウム液で滴定(2.50)する(指示薬：フェノールフタレイン  
174 試液1mL)。滴定数(mL)に0.75を加えて0.2mol/L水酸化ナト  
175 リウム液の消費量(mL)とする。
- 176 0.2mol/L水酸化ナトリウム液1mL=30.02mg C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>
- 177 貯法 容器 気密容器。

# 1 ブドウ糖

## 1 ブドウ糖

### 2 Glucose



$\alpha$ -D-グルコピラノース:  $R^1=H, R^2=OH$

$\beta$ -D-グルコピラノース:  $R^1=OH, R^2=H$

3

4  $C_6H_{12}O_6$ : 180.16

5 D-Glucopyranose

6 [50-99-7]

7 本品は、 $\alpha$ -D-グルコピラノース、 $\beta$ -D-グルコピラ  
8 ノース又はその混合物である。

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ブドウ糖[D-グルコ  
10 ピラノース( $C_6H_{12}O_6$ )]99.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味は甘い。

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

15 確認試験 本品の水溶液(1→20)2~3滴を沸騰フェーリング試  
16 液5mLに加えると、赤色の沈殿を生じる。

17 純度試験

18 (1) 溶状 本品25gを水30mLを入れたネスラー管に加え、  
19 60°Cの水浴中で加温して溶かす。冷後、水を加えて50mLと  
20 するとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

21 比較液: 塩化コバルト(II)の色と比較原液1.0mL、塩化鉄  
22 (III)の色と比較原液3.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
23 液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液3.0mLを  
24 とり、水を加えて50mLとする。

25 (2) 酸 本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶  
26 かし、フェノールフタレイン試液3滴及び0.01mol/L水酸化  
27 ナトリウム液0.60mLを加えると、液の色は赤色である。

28 (3) 塩化物 (1.03) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
29 液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)。

30 (4) 硫酸塩 (1.14) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)。

32 (5) 重金属 (1.07) 本品5.0gをとり、第2法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(4ppm以  
34 下)。

35 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.5gを水5mLに溶かし、希硫酸  
36 5mL及び臭素試液1mLを加え、水浴上で5分間加熱し、更に  
37 濃縮して5mLとする。冷後、これを検液とし、試験を行う  
38 (1.3ppm以下)。

39 (7) デキストリン 本品1.0gにエタノール(95)20mLを加  
40 え、還流冷却器を付け、煮沸するとき、液は澄明である。

41 (8) 溶性でんぷん又は亜硫酸塩 本品1.0gを水10mLに溶  
42 かし、ヨウ素試液1滴を加えると、液は黄色を呈する。

43 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 6時間)。

44 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(2g)。

45 定量法 本品を乾燥し、その約10gを精密に量り、アンモニア  
46 試液0.2mL及び水に溶かし、正確に100mLとし、30分間放  
47 置した後、旋光度測定法 (2.49) により20±1°C、層長  
48 100mmで旋光度 $\alpha_D$ を測定する。

49 ブドウ糖( $C_6H_{12}O_6$ )の量(mg)= $\alpha_D \times 1895.4$

50 貯法 容器 気密容器。

## 1 ブドウ糖注射液

### 1 ブドウ糖注射液

#### 2 Glucose 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 ブドウ糖( $C_6H_{12}O_6$ : 180.16)を含む。

6 製法 本品は「ブドウ糖」をとり、注射剤の製法により製する。

7 本品には保存剤を加えない。

8 性状 本品は無色澄明の液で、味は甘い。ただし、表示濃度が

9 40%以上のとき、色調は無色～微黄色澄明の液である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「ブドウ糖」0.1gに対応する容

11 量を取り、必要ならば水を加えるか、又は水浴上で濃縮して

12 2mLとし、この液2～3滴を沸騰フェーリング試液5mLに加

13 えるとき、赤色の沈殿を生じる。

14 pH (2.54) 3.5～6.5 ただし、表示濃度が5%を超えると

15 は、水を用いて5%溶液を調製し、この液につき、試験を行

16 う。

17 純度試験 5-ヒドロキシメチルフルフラール類 本品の表示

18 量に従い「ブドウ糖」2.5gに対応する容量を正確に量り、水

19 を加えて正確に100mLとする。この液につき、紫外可視吸

20 光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長284nmにお

21 ける吸光度は0.80以下である。

22 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mL未満。

23 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

24 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

25 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

26 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、

27 適合する。

28 定量法 本品のブドウ糖( $C_6H_{12}O_6$ )約4gに対応する容量を正確

29 に量り、アンモニア試液0.2mL及び水を加えて正確に

30 100mLとし、よく振り混ぜて30分間放置した後、旋光度測

31 定法 (2.49) により $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 、層長100mmで旋光度 $\alpha_D$ を測定

32 する。

33  $\text{ブドウ糖}(C_6H_{12}O_6)\text{の量(mg)} = \alpha_D \times 1895.4$

34 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容

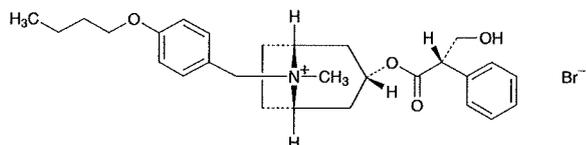
35 器を使用することができる。

# 1 ブトロピウム臭化物

## 1 ブトロピウム臭化物

2 Butropium Bromide

3 臭化ブトロピウム



5  $C_{28}H_{38}BrNO_4$  : 532.51

6 (1*R*,3*r*,5*S*)-8-(4-Butoxybenzyl)-3-[(2*S*)-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-methyl-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane

8 bromide

9 [29025-14-7]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ブトロピウム臭化物  
11 ( $C_{28}H_{38}BrNO_4$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
14 エタノール(95)にやや溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチ  
15 ルエーテル又は無水酢酸にほとんど溶けない。

### 16 確認試験

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

21 (2) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
22 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
23 のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、両  
24 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
25 める。また、本品のメタノール溶液(1→5000)につき、紫外  
26 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
27 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき、  
28 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
29 認める。

30 (3) 本品のメタノール溶液(1→20)は臭化物の定性反応(1)  
31 (1.09)を呈する。

32 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -14.0~-17.0°(乾燥後, 0.5g, メタ  
33 ノール, 20mL, 100mm)。

### 34 純度試験

35 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをエタノール(95)40mLに溶  
36 かし、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液  
37 とし、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
38 (20ppm以下)。

39 (2) 類縁物質 本品50mgを移動相10mLに溶かし、試料  
40 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
41 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
42 5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
43 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
44 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のブトロピウ  
45 ムに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は標準溶液のピ  
46 ーク面積の1/4より大きくない。また、試料溶液の最初に  
47 溶出するピーク、ブトロピウムに対する相対保持時間約0.5

48 のピーク及びブトロピウム以外のピークの合計面積は、標準  
49 溶液のブトロピウムのピーク面積より大きくない。

### 50 操作条件

51 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

55 カラム温度：40°C付近の一定温度

56 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.15gをアセトニトリ  
57 ル/0.005mol/L硫酸混液(3：2)1000mLに溶かす。

58 流量：ブトロピウムの保持時間が約5分になるように調  
59 整する。

60 カラムの選定：本品0.50gをとり、エタノール  
61 (99.5)9mL及び0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール  
62 試液1mLを加えて溶かし、70°Cで15分間加熱する。

63 冷後、この液1mLに移動相を加えて100mLとする。  
64 この液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ブト  
65 ロピウムのピークとブトロピウムに対する相対保持時  
66 間約0.7のピークとの分離度が2.5以上のものを用いる。

67 検出感度：標準溶液5 $\mu$ Lから得たブトロピウムのピーク  
68 高さが10~30mmになるように調整する。

69 面積測定範囲：ブトロピウムの保持時間の約2倍の範囲

70 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.8gを精密に量り、ギ酸5mL  
73 に溶かし、無水酢酸100mLを加え、0.1mol/L過塩素酸・1,4  
74 -ジオキサン液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方  
75 法で空試験を行い、補正する。

76 0.1mol/L過塩素酸・1,4-ジオキサン液1mL  
77 =53.25mg  $C_{28}H_{38}BrNO_4$

### 78 貯法

79 保存条件 遮光して保存する。

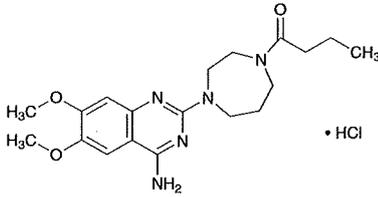
80 容器 密閉容器。

# 1 ブナゾシン塩酸塩

## 1 ブナゾシン塩酸塩

2 Bunazosin Hydrochloride

3 塩酸ブナゾシン



5  $C_{19}H_{27}N_5O_3 \cdot HCl$  : 409.91

6 4-Amino-2-(4-butanoyl-1,4-diazepan-1-yl)-6,7-

7 dimethoxyquinazoline monohydrochloride

8 [72712-76-2]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ブナゾシン塩酸塩  
10 ( $C_{19}H_{27}N_5O_3 \cdot HCl$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品はギ酸に極めて溶けやすく、水又はメタノールに溶け  
13 にくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、ジエチルエ  
14 ーテルにほとんど溶けない。

15 融点：約273°C(分解)。

### 16 確認試験

17 (1) 本品0.1gを0.2mol/L塩酸試液10mLに溶かし、直火で  
18 加熱して3分間沸騰するとき、酪酸臭を発する。

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

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

### 25 純度試験

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

29 (2) 類縁物質 本品0.05gを移動相50mLに溶かし、試料  
30 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
31 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
32 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
33 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
34 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のブナゾシ  
35 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のブナゾシンのピー  
36 ク面積より大きくない。

### 37 操作条件

38 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

39 カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に  
40 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
41 ル化シリカゲルを充てんする。

42 カラム温度：30°C付近の一定温度

43 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.44gを水に溶かし、  
44 酢酸(100)10mL及びアセトニトリル500mLを加え、  
45 更に水を加えて1000mLとする。

46 流量：ブナゾシンの保持時間が約5分になるように調整

47 する。

48 カラムの選定：標準溶液/塩酸プロカインの移動相溶液  
49 (1→20000)混液(1：1)20μLにつき、上記の条件で操  
50 作するとき、プロカイン、ブナゾシンの順に溶出し、  
51 その分離度が3.0以上のものを用いる。

52 検出感度：標準溶液20μLから得たブナゾシンのピーク  
53 高さがフルスケールの20～60%になるように調整す  
54 る。

55 面積測定範囲：ブナゾシンの保持時間の約6倍の範囲

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、ギ酸6mL  
59 に溶かし、0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え、水浴上で  
60 20分間加熱する。冷後、酢酸(100)20mLを加え、過量の過  
61 塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位  
62 差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

63 0.1mol/L過塩素酸1mL=40.99mg  $C_{19}H_{27}N_5O_3 \cdot HCl$

### 64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。

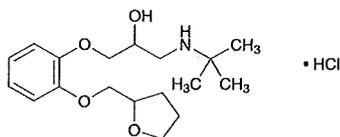
66 容器 密閉容器。

# 1 ブフェトロール塩酸塩

## 1 ブフェトロール塩酸塩

2 Bufetolol Hydrochloride

3 塩酸ブフェトロール



4

5  $C_{18}H_{29}NO_4 \cdot HCl$  : 359.89

6 1-(1,1-Dimethylethyl)amino-3-[2-(tetrahydrofuran-

7 2-ylmethoxy)phenoxy]propan-2-ol monohydrochloride

8 [35108-88-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ブフェトロール塩酸  
10 塩( $C_{18}H_{29}NO_4 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(95)又  
13 は酢酸(100)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとん  
14 ど溶けない。

15 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLにライネッケ塩試液5滴を  
18 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品の水溶液(1→20000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
22 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

27 (4) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
28 する。

29 融点(2.60) 153~157°C

30 純度試験

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

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
34 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)。

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

38 (4) 類縁物質 本品0.20gをメタノール5mLに溶かし、試  
39 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
40 えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
41 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
42 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  
43 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  
44 する。次にクロロホルム/アセトン/エタノール(95)/アン  
45 モニア水(28)混液(40 : 20 : 5 : 1)を展開溶媒として約10cm  
46 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
47 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外

48 のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

49 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸

52 (100)10mLに溶かし、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩

53 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験

54 を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.99mg  $C_{18}H_{29}NO_4 \cdot HCl$

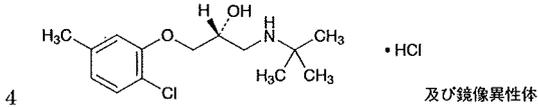
56 貯法 容器 気密容器。

1 ブプラノロール塩酸塩

1 ブプラノロール塩酸塩

2 Bupranolol Hydrochloride

3 塩酸ブプラノロール



5 C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>2</sub> · HCl : 308.24

6 (2*RS*)-3-(2-Chloro-5-methylphenoxy)-1-(1,1-

7 dimethylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

8 [15148-80-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ブプラノロール塩酸  
10 塩(C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>2</sub> · HCl)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールにやや溶けにくく、水、エタノール(95)  
13 又は酢酸(100)に溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、  
14 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品1.0gを水1000mLに溶かした液のpHは5.2~6.2である。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gを試験管にとり、ヨウ化カリウム25mg及  
18 びシユウ酸二水和物25mgを加えて混ぜ合わせ、2,6-ジプロ  
19 モー*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノモノイミンのエタノール  
20 (95)溶液(1→100)で潤したろ紙を試験管の口に当て数分間  
21 弱く加熱する。このろ紙をアンモニアガスに接触するとき青  
22 色を呈する。

23 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液(1→10000)につき、紫  
24 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
25 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
26 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
27 認める。

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

32 (4) 本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応(1.09)を  
33 呈する。

34 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (275nm) : 57~60(乾燥後, 50mg,  
35 0.1mol/L塩酸試液, 500mL)。

36 融点(2.60) 223~226°C

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品0.10gを水15mLに溶かすとき、液は無色  
39 澄明である。

40 (2) 酸 本品0.10gを新たに煮沸して冷却した水15mLに  
41 溶かし、メチルレッド試液1滴を加えるとき、液は淡赤色を  
42 呈する。これに0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.05mLを加  
43 えるとき、液の色は黄色に変わる。

44 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.10gをとり、試験を行う。比較  
45 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.168%以下)。

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

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

51 (6) 類縁物質 本品0.30gをメタノール10mLに溶かし、  
52 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
53 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
54 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
55 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
56 用ポリアミド(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
57 トする。次にメタノール/アンモニア水(28)/水混液(16:  
58 4:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
59 る。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液  
60 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  
61 ポットより濃くない。

62 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 105°C, 4時間)。

63 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

64 定量法 本品を乾燥し、その約0.18gを精密に量り、無水酢酸  
65 /酢酸(100)混液(2:1)60mLを加え、加温して溶かし、冷後、  
66 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
67 方法で空試験を行い、補正する。

68 0.1mol/L過塩素酸1mL=30.82mg C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>2</sub> · HCl

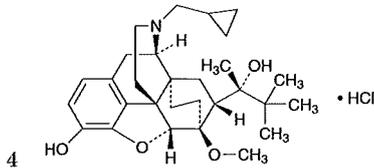
69 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ブプレノルフィン塩酸塩

## 1 ブプレノルフィン塩酸塩

2 Buprenorphine Hydrochloride

3 塩酸ブプレノルフィン



5  $C_{29}H_{41}NO_4 \cdot HCl$  : 504.10

6 (2S)-2-[(5R,6R,7R,14S)-17-(Cyclopropylmethyl)-4,5-

7 epoxy-3-hydroxy-6-methoxy-6,14-ethanomorphinan-7-yl]-

8 3,3-dimethylbutan-2-ol monohydrochloride

9 [53152-21-9]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ブプレノルフィン塩  
11 酸塩( $C_{29}H_{41}NO_4 \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

15 融点：約268°C(分解)。

### 16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→5000)につき、紫外可視吸光度測定  
18 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  
19 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
20 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→100)は、塩化物の定性反応(1.09)  
26 を呈する。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -92~-98°(乾燥後, 0.4g, メタノ  
28 ール, 20mL, 100mm)。

29 pH(2.54) 本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.0~  
30 6.0である。

### 31 純度試験

32 (1) 溶状 本品0.1gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
33 明である。

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

37 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相20mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
39 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
40 20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
41 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
42 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のブプレノ  
43 ルフィン以外のピーク的面積は、標準溶液のブプレノルフィ  
44 ンのピーク面積の1/4より大きくない。また、試料溶液の  
45 ブプレノルフィン以外のピークの合計面積は、標準溶液のブ  
46 プレノルフィンのピーク面積の13/20より大きくない。

### 47 試験条件

48 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：288nm)

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

52 カラム温度：40°C付近の一定温度

53 移動相：メタノール/酢酸アンモニウム溶液(1→100)/  
54 酢酸(100)混液(6000 : 1000 : 1)

55 流量：ブプレノルフィンの保持時間が約17分になるよ  
56 うに調整する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からブプレノルフィン  
58 の保持時間の約2.5倍の範囲

### 59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
61 えて正確に50mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たブ  
62 プレノルフィンのピーク面積が、標準溶液のブプレノル  
63 フィンのピーク面積の7~13%になることを確認する。  
64 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
65 操作するとき、ブプレノルフィンのピークの理論段数  
66 及びシンメトリー係数は、それぞれ6500段以上、1.2  
67 以下である。

68 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、ブプレノルフィンのピー  
70 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

71 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 115°C, 3時間)。

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

73 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
74 (100)5mLに溶かし、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩  
75 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
76 を行い、補正する。

77 0.1mol/L過塩素酸1mL=50.41mg  $C_{29}H_{41}NO_4 \cdot HCl$

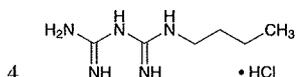
78 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ブホルミン塩酸塩

## 1 ブホルミン塩酸塩

2 Buformin Hydrochloride

3 塩酸ブホルミン



5  $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$  : 193.68

6 1-Butylbiguanide hydrochloride

7 [1190-53-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ブホルミン塩酸塩  
9 ( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

### 12 確認試験

13 (1) 本品の水溶液(1→2000)5mLに希ペンタシアノニトロ  
14 シル鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試  
15 液1mLを加えるとき、液は赤褐色を呈する。

16 (2) 本品の水溶液(1→125000)につき、紫外可視吸光度測  
17 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
18 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
19 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

24 (4) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
25 する。

26 融点(2.60) 175~180°C

### 27 純度試験

28 (1) 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 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
32 製し、試験を行う(2ppm以下)。

33 (3) 類縁物質 本品0.10gを移動相200mLに溶かし、試料  
34 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
35 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
36 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
37 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
38 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のブホルミ  
39 ン以外のピーク面積は、標準溶液のブホルミンのピーク面  
40 積の1/5より大きくない。また試料溶液のブホルミン以外  
41 のピークの合計面積は、標準溶液のブホルミンのピーク面積  
42 の1/2より大きくない。

### 43 試験条件

44 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

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

48 カラム温度：35°C付近の一定温度

49 移動相：過塩素酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)

50 溶液(7→250)/アセトニトリル混液(7：1)

51 流量：ブホルミンの保持時間が約6分になるように調整  
52 する。

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からブホルミンの保持  
54 時間の約2倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
57 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たブホ  
58 ルミンのピーク面積が、標準溶液のブホルミンのピー  
59 ク面積の7~13%になることを確認する。

60 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、ブホルミンのピークの理論段数及びシ  
62 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下で  
63 ある。

64 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、ブホルミンのピーク面積  
66 の相対標準偏差は1.0%以下である。

67 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

68 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

69 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、無水酢酸  
70 /酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし、直ちに0.1mol/L過塩  
71 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
72 を行い、補正する。

73 0.1mol/L過塩素酸1mL=9.684mg  $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$

74 貯法 容器 気密容器。

# 1 ブホルミン塩酸塩錠

## 1 ブホルミン塩酸塩錠

2 Buformin Hydrochloride Tablets

3 塩酸ブホルミン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 ブホルミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ : 193.68)を含む。

6 製法 本品は「ブホルミン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ブホルミン塩酸  
9 塩」1gに対応する量を取り、水100mLを加えてよく振り混  
10 ぜた後、ろ過する。ろ液4mLに希ペンタシアノニトロシル  
11 鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液  
12 1mLを加えるとき、液は赤褐色を呈する。

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

15 本品1個をとり、水を加えて正確に200mLとし、5分間超  
16 音波処理する。この液40mLをとり、遠心分離する。ブホル  
17 ミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )約0.5mgに対応する上澄液V mL  
18 を正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料溶液と  
19 する。別に定量用塩酸ブホルミンを105°Cで3時間乾燥し、  
20 その約50mgを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとす  
21 る。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLと  
22 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可  
23 視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長233nmにお  
24 ける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

25 ブホルミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$26 = M_S \times A_T / A_S \times 2 / V$$

27  $M_S$ : 定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

28 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
29 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
30 80%以上である。

31 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
32 20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
33 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V' mLを正  
34 確に量り、表示量に従い1mL中にブホルミン塩酸塩  
35 ( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )約5.6 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正  
36 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ブホル  
37 ミンを105°Cで3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、水  
38 に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、  
39 水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
40 及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により  
41 試験を行い、波長233nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定す  
42 る。

43 ブホルミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率

44 (%)

$$45 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

46  $M_S$ : 定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

47 C: 1錠中のブホルミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )の表示量

48 (mg)

49 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末

50 とする。ブホルミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )約60mgに対応す  
51 る量を精密に量り、水を加えて正確に200mLとし、5分間超  
52 音波処理する。この液40mLをとり、遠心分離し、上澄液  
53 2mLを正確にとり、水を加えて正確に100mLとし、試料溶  
54 液とする。別に定量用塩酸ブホルミンを105°Cで3時間乾燥  
55 し、その約60mgを精密に量り、水に溶かし、正確に200mL  
56 とする。この液2mLを正確にとり、水を加えて正確に  
57 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
58 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長  
59 233nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

60 ブホルミン塩酸塩( $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

61  $M_S$ : 定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

62 貯法 容器 密閉容器。

1 ブホルミン塩酸塩腸溶錠

1 ブホルミン塩酸塩腸溶錠

2 Buformin Hydrochloride Enteric-coated Tablets

3 塩酸ブホルミン腸溶錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 ブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl: 193.68)を含む。

6 製法 本品は「ブホルミン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ブホルミン塩酸  
9 塩」0.1gに対応する量を取り、水10mLを加えてよく振り混  
10 ぜた後、ろ過する。ろ液4mLに過酸化水素試液/ペンタシ  
11 アノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液/水酸化ナトリウム  
12 溶液(1→10)混液(2:1:1)1mLを加えるとき、液は赤色~赤  
13 紫色を呈する。

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

16 本品1個をとり、エタノール(99.5)/アセトン混液(1:  
17 1)5mLを加え、超音波処理により皮膜を小さく分散させた  
18 後、ブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)50mg当たり内標準溶  
19 液10mLを正確に加え、更に薄めたアセトニトリル(1→2)を  
20 加えて13V/20mLとする。次に超音波処理により崩壊させ  
21 た後、更に20分間振り混ぜ、1mL中にブホルミン塩酸塩  
22 (C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)約0.5mgを含む液となるように薄めたアセ  
23 トニトリル(1→2)を加えてV mLとする。この液を遠心分離  
24 し、上澄液1mLをとり、移動相を加えて50mLとする。必要  
25 ならば孔径0.5µm以下のメンブランフィルターでろ過し、試  
26 料溶液とする。以下定量法を準用する。

27 ブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)の量(mg)

$$28 = M_s \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

29 M<sub>s</sub>: 定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

30 内標準溶液 p-アセトアニシジドの薄めたアセトニトリ  
31 ル(1→2)溶液(1→150)

32 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第1液及び溶出試験第2液  
33 900mLずつを用い、バドル法により、毎分50回転で試験を  
34 行うとき、試験液に溶出試験第1液を用いた場合の本品の  
35 120分間の溶出率は5%以下であり、試験液に溶出試験第2液  
36 を用いた場合の本品の90分間の溶出率は80%以上である。

37 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
38 20mL以上をとり、孔径0.5µm以下のメンブランフィルター  
39 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
40 確に量り、表示量に従い1mL中にブホルミン塩酸塩  
41 (C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)約56µgを含む液となるように試験液を加え  
42 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ブ  
43 ホルミンを105°Cで3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
44 試験液に溶かし、正確に100mLとする。この液4mLを正確  
45 に量り、試験液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。  
46 試料溶液及び標準溶液20µLずつを正確にとり、次の条件で  
47 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞ  
48 れの液のブホルミンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

49 ブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)の表示量に対する溶出率  
50 (%)

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

52 M<sub>s</sub>: 定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

53 C: 1錠中のブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)の表示量  
54 (mg)

55 試験条件

56 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230nm)

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

60 カラム温度: 35°C付近の一定温度

61 移動相: 過塩素酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)  
62 溶液(7→500)/アセトニトリル混液(7:1)

63 流量: ブホルミンの保持時間が約6分になるように調整  
64 する。

65 システム適合性

66 システムの性能: 標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
67 操作するとき、ブホルミンのピークの理論段数及びシ  
68 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下で  
69 ある。

70 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、ブホルミンのピーク面積  
72 の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 定量法 本品のブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)0.5gに対応  
74 する個数を取り、エタノール(99.5)/アセトン混液(1:  
75 1)20mLを加え、超音波処理により皮膜を小さく分散させた  
76 後、更に薄めたアセトニトリル(1→2)100mLを加える。次  
77 に超音波処理により錠剤を崩壊させた後、更に20分間振り  
78 混ぜ、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に200mL  
79 とする。この液を遠心分離し、上澄液10mLを正確に量り、  
80 内標準溶液5mLを正確に加え、薄めたアセトニトリル(1→2)  
81 を加えて50mLとする。この液1mLをとり、移動相を加えて  
82 50mLとする。必要ならば孔径0.5µm以下のメンブランフィ  
83 ルターでろ過し、試料溶液とする。別に定量用塩酸ブホルミ  
84 ンを105°Cで3時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、薄め  
85 たアセトニトリル(1→2)に溶かし、内標準溶液5mLを正確に  
86 加え、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50mLとする。  
87 この液1mLをとり、移動相を加えて50mLとし、標準溶液と  
88 する。試料溶液及び標準溶液10µLにつき、次の条件で液体  
89 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質  
90 のピーク面積に対するブホルミンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及び  
91 Q<sub>S</sub>を求める。

92 ブホルミン塩酸塩(C<sub>6</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>・HCl)の量(mg)

$$93 = M_s \times Q_T / Q_S \times 20$$

94 M<sub>s</sub>: 定量用塩酸ブホルミンの秤取量(mg)

95 内標準溶液 p-アセトアニシジドの薄めたアセトニトリ  
96 ル(1→2)溶液(1→150)

97 試験条件

98 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 233nm)

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

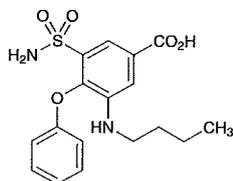
## 2 プホルミン塩酸塩腸溶錠

- 102 カラム温度：35℃付近の一定温度  
103 移動相：薄めた過塩素酸ナトリウム溶液(7→250)／アセ  
104 トニトリル混液(7：1)  
105 流量：プホルミンの保持時間が約7分になるように調整  
106 する。  
107 システム適合性  
108 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 操作するとき、プホルミン、内標準物質の順に溶出し、  
110 その分離度は5以上である。  
111 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
112 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
113 に対するプホルミンのピーク面積の比の相対標準偏差  
114 は1.0%以下である。  
115 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ブメタニド

## 1 ブメタニド

### 2 Bumetanide



3

4  $C_{17}H_{20}N_2O_5S$  : 364.42

5 3-Butylamino-4-phenoxy-5-sulfamoylbenzoic acid

6 [28395-03-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ブメタニド  
8 ( $C_{17}H_{20}N_2O_5S$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はピリジンに溶けやすく、メタノール又はエタノール  
11 (95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水  
12 にほとんど溶けない。

13 本品は水酸化カリウム試液に溶ける。

14 本品は光によって徐々に着色する。

### 15 確認試験

16 (1) 本品0.01gをピリジン1mLに溶かし、硫酸銅(II)試液2  
17 滴を加えて振り混ぜ、更に水3mL及びクロロホルム5mLを  
18 加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は淡青色を  
19 呈する。

20 (2) 本品0.04gをpH7.0のリン酸塩緩衝液100mLに溶かし、  
21 この液10mLに水を加えて100mLとした液につき、紫外可視  
22 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
23 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
24 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
25 る。

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

30 融点(2.60) 232~237°C

### 31 純度試験

32 (1) 溶状 本品50mgを水酸化カリウム溶液(1→30)2mL及  
33 び水8mLに溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液  
34 より濃くない。

35 比較液：塩化コバルト(II)の色の比較原液、塩化鉄(III)の  
36 色の比較原液及び硫酸銅(II)の色の比較原液それぞれ  
37 0.5mLずつを正確に量り、混和し、薄めた塩酸(1→40)  
38 を加えて正確に100mLとする。

39 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gに硝酸カリウム0.7g及び無  
40 水炭酸ナトリウム1.2gを加えてよく混和した後、少量ずつ赤  
41 熱した白金のつぼに入れ、反応が終わるまで赤熱する。冷後、  
42 残留物に希硫酸14mL及び水6mLを加え、5分間煮沸した後、  
43 ろ過し、残留物は水10mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、  
44 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
45 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える  
46 (0.021%以下)。

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

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

52 (5) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
53 て行う。本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液  
54 とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正  
55 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノール  
56 を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
57 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。

58 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
59 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
60 する。次にクロロホルム/酢酸(100)/シクロヘキサン/  
61 メタノール混液(32:4:4:1)を展開溶媒として約12cm展開  
62 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を  
63 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  
64 は、標準溶液から得たスポットより濃くない。

65 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

66 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

67 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、エタノール  
68 (95)50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
69 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
70 正する。

71 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=36.44mg  $C_{17}H_{20}N_2O_5S$

### 72 貯法

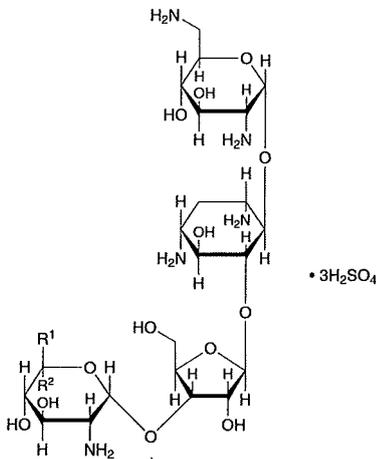
73 保存条件 遮光して保存する。

74 容器 気密容器。

1 フラジオマイシン硫酸塩

1 フラジオマイシン硫酸塩

- 2 Fradiomycin Sulfate
- 3 ネオマイシン硫酸塩
- 4 硫酸ネオマイシン
- 5 硫酸フラジオマイシン



フラジオマイシン B: R<sup>1</sup>=H R<sup>2</sup>=CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>  
 フラジオマイシン C: R<sup>1</sup>=CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub> R<sup>2</sup>=H

- 7 C<sub>23</sub>H<sub>46</sub>N<sub>6</sub>O<sub>13</sub> · 3H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 908.88
- 8 フラジオマイシンB硫酸塩
- 9 2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-
- 10 [2,6-diamino-2,6-dideoxy-β-L-idopyranosyl-(1→3)-β-D-
- 11 ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate
- 12 [119-04-0, ネオマイシンB]
- 13 フラジオマイシンC硫酸塩
- 14 2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-
- 15 [2,6-diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→3)-
- 16 β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate
- 17 [66-86-4, ネオマイシンC]
- 18 [1405-10-3, ネオマイシン硫酸塩]

19 本品は、*Streptomyces fradiae*の培養によって得られる抗  
 20 細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸  
 21 塩である。

22 本品を乾燥したものは定量するとき、1mg当たり623～  
 23 740μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、フラジオマイ  
 24 シン(C<sub>23</sub>H<sub>46</sub>N<sub>6</sub>O<sub>13</sub> : 614.64)としての量を質量(力価)で示す。

25 性状 本品は白色～淡黄色の粉末である。

26 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶けな  
 27 い。

28 本品は吸湿性である。

29 確認試験

30 (1) 本品及びフラジオマイシン硫酸塩標準品50mgずつを  
 31 水1mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの  
 32 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行  
 33 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  
 34 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  
 35 にメタノール/アンモニア水(28)/ジクロロメタン混液(3 :

36 2 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
 37 る。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴  
 38 霧した後、110°Cで15分間加熱するとき、試料溶液から得た  
 39 主スポット及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。  
 40 (2) 本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応(1) (1.09) を  
 41 呈する。

42 旋光度 (2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +53.5～+59.0°(乾燥物に換算した  
 43 もの1g, 水, 10mL, 100mm)。

44 pH (2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～  
 45 7.5である。

46 純度試験

47 (1) 重金属 (1.07) 本品 1.0gをとり、第2法により操作  
 48 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
 49 (20ppm以下)。

50 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
 51 製し、試験を行う(2ppm以下)。

52 (3) 類縁物質 本品0.63gを水5mLに溶かし、試料溶液と  
 53 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLと  
 54 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ  
 55 フィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
 56 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  
 57 製した薄層板にスポットする。次にメタノール/アンモニア  
 58 水(28)/ジクロロメタン混液(3 : 2 : 1)を展開溶媒として約  
 59 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン  
 60 のアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、110°Cで15分  
 61 間加熱するとき、試料溶液から得たR<sub>f</sub>値0.4のスポットは、  
 62 標準溶液から得たスポットより濃くない。

63 乾燥減量 (2.41) 8.0%以下(0.2g, 減圧, 60°C, 3時間)。

64 強熱残分 (2.44) 0.3%以下(1g)。

65 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  
 66 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

67 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い  
 68 る。

69 (ii) 種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地

ブドウ糖	1.0g
ペプトン	6.0g
肉エキス	1.5g
酵母エキス	3.0g
塩化ナトリウム	2.5g
カンテン	15.0g
水	1000mL

70 全成分を混和し、滅菌する。滅菌後のpHは7.8～8.0とす  
 71 る。pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する。

72 (iii) 標準溶液 フラジオマイシン硫酸塩標準品を乾燥し、  
 73 その約50mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH8.0の抗  
 74 生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50mLと  
 75 し、標準原液とする。標準原液は5°C以下に保存し、14日以  
 76 内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の  
 77 抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
 78 80μg(力価)及び20μg(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶  
 79 液及び低濃度標準溶液とする。

80 (iv) 試料溶液 本品を乾燥し、その約50mg(力価)に対応す  
 81 る量を精密に量り、pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩  
 82 衝液に溶かして正確に50mLとする。この液適量を正確に量

## 2 フラジオマイシン硫酸塩

- 83 り、pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて  
84 1mL中に80 $\mu$ g(力価)及び20 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃  
85 度試料溶液及び低濃度試料液とする。
- 86 貯法
- 87 保存条件 遮光して保存する。
- 88 容器 気密容器。

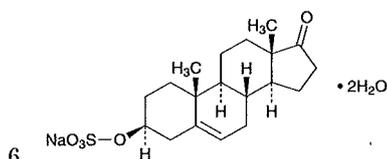
1 プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物

1 プラステロン硫酸エステルナトリウム水  
2 和物

3 Sodium Prasterone Sulfate Hydrate

4 プラステロン硫酸エステルナトリウム

5 プラステロン硫酸ナトリウム



7  $C_{19}H_{27}NaO_5S \cdot 2H_2O$  : 426.50

8 Monosodium 17-oxoandrost-5-en-3 $\beta$ -yl sulfate dihydrate

9 [1099-87-2, 無水物]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、プラステロ  
11 ン硫酸エステルナトリウム( $C_{19}H_{27}NaO_5S$  : 390.47)98.0%以  
12 上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

14 本品はメタノールにやや溶けやすく、水又はエタノール  
15 (95)にやや溶けにくく、アセトン又はジエチルエーテルにほ  
16 とんど溶けない。

17 本品1.0gを水200mLに溶かした液のpHは4.5~6.5である。  
18 融点：約160°C(分解、ただし乾燥後)。

19 確認試験

20 (1) 本品0.01gをエタノール(95)4mLに溶かし、1,3-ジニ  
21 トロベンゼン試液2mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→  
22 8)2mLを加えるとき、液は赤紫色を呈し、徐々に褐色に変  
23 わる。

24 (2) 本品の水溶液(1→200)10mLに臭素試液0.5mLを加え  
25 るとき、試液の色は直ちに消える。

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

30 (4) 本品の水溶液(1→200)はナトリウム塩の定性反応  
31 (1.09)を呈する。

32 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +10.7~+12.1°(乾燥物に換算した  
33 もの0.73g, メタノール, 20mL, 100mm)。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.25gを水50mLに溶かすとき、液は無色  
36 澄明である。

37 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gをアセトン20mL及び水  
38 20mLに溶かし、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。  
39 これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
40 0.30mLにアセトン20mL, 希硝酸6mL及び水を加えて50mL  
41 とする(0.011%以下)。

42 (3) 硫酸塩(1.14) 本品1.2gに水20mLを加え、5分間振  
43 り混ぜてろ過する。ろ液10mLをとり、アセトン20mL, 希  
44 塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試  
45 験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.40mLにアセトン  
46 20mL, 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.032%以  
47 下)。

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

51 (5) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
52 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
53 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
54 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
55 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
56 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  
57 ロロホルム/メタノール/水混液(75 : 22 : 3)を展開溶媒と  
58 して約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸/  
59 エタノール(95)混液(1 : 1)を均等に噴霧し、80°Cで5分間加  
60 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、  
61 標準溶液から得たスポットより濃くない。

62 乾燥減量(2.41) 8.0~9.0%(0.5g, 減圧, 酸化リン(V),  
63 60°C, 3時間)。

64 定量法 本品約0.25gを精密に量り、水30mLに溶かし、あら  
65 かじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂  
66 (H型)5mLを用いて調製した直径10mmのカラムに入れ、1  
67 分間に4mLの流速で流出させる。次に水100mLでカラムを  
68 洗い、洗液は先の流出液に合わせ、0.05mol/L水酸化ナトリ  
69 ウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試  
70 験を行い、補正する。

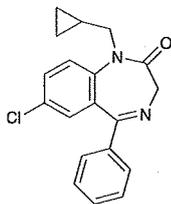
71 0.05mol/L水酸化ナトリウム液1mL=19.52mg  $C_{19}H_{27}NaO_5S$

72 貯法 容器 気密容器。

1 プラゼパム

1 プラゼパム

2 Prazepam



3

4  $C_{19}H_{17}ClN_2O$  : 324.80

5 7-Chloro-1-(cyclopropylmethyl)-5-phenyl-1,3-dihydro-

6 2H-1,4-benzodiazepin-2-one

7 [2955-38-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、プラゼパム  
9 ( $C_{19}H_{17}ClN_2O$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、におい  
11 はない。

12 本品はアセトンに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、  
13 エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、  
14 水にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品0.01gを硫酸3mLに溶かし、紫外線(主波長  
17 365nm)を照射するとき、灰青色の蛍光を発する。

18 (2) 本品0.01gを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→  
19 1000)1000mLに溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法  
20 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
21 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
22 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

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

29 融点(2.60) 145～148°C

30 純度試験

31 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り  
32 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液20mLをとり、  
33 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
34 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える  
35 (0.036%以下)。

36 (2) 硫酸塩(1.14) (1)のろ液20mLをとり、希塩酸1mL  
37 及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
38 比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)。

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

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

44 (5) 類縁物質 本品0.40gをアセトン10mLに溶かし、試  
45 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え

46 て正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトン  
47 を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
48 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
49 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  
50 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  
51 する。次にクロロホルム/アセトン混液(9:1)を展開溶媒と  
52 して約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線  
53 (主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポッ  
54 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  
55 い。

56 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 105°C, 2時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸  
59 60mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
60 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

61 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.48mg  $C_{19}H_{17}ClN_2O$

62 貯法 容器 気密容器。

## 1 プラゼパム錠

### 1 プラゼパム錠

#### 2 Prazepam Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 プラゼパム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O : 324.80)を含む。

5 製法 本品は「プラゼパム」をとり、錠剤の製法により製する。  
6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プラゼパム」0.05g  
8 に対応する量を取り、アセトン25mLを加えてよく振り混ぜ、  
9 ろ過する。ろ液5mLをとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物  
10 を硫酸3mLに溶かす。この液につき、「プラゼパム」の確  
11 認試験(1)を準用する。

12 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「プラゼパム」0.02g  
13 に対応する量を取り、硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→  
14 1000)200mLを加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液5mLに  
15 硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000)を加えて50mLとする。  
16 この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
17 ペクトルを測定するとき、波長241～245nm, 283～287nm  
18 及び363～367nmに吸収の極大を示し、263～267nm及び  
19 334～338nmに吸収の極小を示す。

20 溶出性(6.10) 試験液に0.1mol/L塩酸試液900mLを用い、回  
21 転バスケット法により、毎分100回転で試験を行うとき、本  
22 品の30分間の溶出率は80%以上である。

23 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
24 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
25 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
26 確に量り、表示量に従い1mL中にプラゼパム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O)  
27 約5μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLと  
28 し、試料溶液とする。別に定量用プラゼパムを105℃で2時  
29 間乾燥し、その約5mgを精密に量り、試験液200mLを加え  
30 て振り混ぜ、必要ならば超音波処理して溶かし、更に、試験  
31 液を加えて正確に1000mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
32 及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
33 試験を行い、波長240nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
34 る。

35 プラゼパム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)  
36 
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

37 M<sub>S</sub>: 定量用プラゼパムの秤取量(mg)

38 C: 1錠中のプラゼパム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

39 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
40 とする。プラゼパム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O)約50mgに対応する量を  
41 精密に量り、アセトン30mLを加え、よく振り混ぜた後、遠  
42 心分離し、上澄液をとる。同様の操作をアセトン30mLずつ  
43 を用いて2回繰り返す。全上澄液を合わせ、水浴上で蒸発乾  
44 固する。残留物を無水酢酸/酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶  
45 かし、0.02mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。  
46 同様の方法で空試験を行い、補正する。

47 0.02mol/L過塩素酸1mL=6.496mg C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O

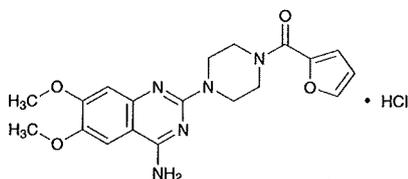
48 貯法 容器 気密容器。

# 1 プラゾシン塩酸塩

## 1 プラゾシン塩酸塩

2 Prazosin Hydrochloride

3 塩酸プラゾシン



5  $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$  : 419.86

6 1-(4-Amino-6,7-dimethoxy-quinazolin-2-yl)-

7 4-(2-furoyl)piperazine monohydrochloride

8 [19237-84-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プラゾシン塩酸塩  
10 ( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ )97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールに溶けにくく、エタノール(99.5)に極め  
13 て溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品は光によって徐々に微黄白色になる。

15 融点：約270°C(分解)。

### 16 確認試験

17 (1) 本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→  
18 200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
19 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  
20 又はプラゾシン塩酸塩標準品について同様に操作して得ら  
21 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  
22 長のところと同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
24 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
25 品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品のスペクトル  
26 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  
27 同様の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品0.1gに水5mL及びアンモニア試液1mLを加えて  
29 振り混ぜ、5分間放置した後、ろ過する。ろ液に酢酸(100)を  
30 加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

### 31 純度試験

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

35 (2) 類縁物質 本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料  
36 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
37 確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加  
38 えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
39 溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
40 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  
41 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプラ  
42 ゾシン以外のピーク面積は、標準溶液のプラゾシンのピー  
43 ク面積の2倍より大きくない。また、試料溶液のプラゾシン  
44 以外のピークの合計面積は、標準溶液のプラゾシンのピーク  
45 面積の5倍より大きくない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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

51 カラム温度：25°C付近の一定温度

52 移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム3.484g及び  
53 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド18mLを水  
54 900mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH5.0に調整し  
55 た後、水を加えて1000mLとした液に、メタノール  
56 1000mLを加える。

57 流量：プラゾシンの保持時間が約9分になるように調整  
58 する。

59 面積測定範囲：プラゾシンの保持時間の約6倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
62 えて正確に10mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たプラ  
63 ゾシンのピーク面積が、標準溶液のプラゾシンのピー  
64 ク面積の35~65%になることを確認する。

65 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、プラゾシンのピークの理論段数及びシ  
67 ンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下で  
68 ある。

69 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積  
71 の相対標準偏差は2.0%以下である。

72 (3) 残留溶媒 別に規定する。

73 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

75 定量法 本品及びプラゾシン塩酸塩標準品を乾燥し、その約  
76 25mgを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正  
77 確に50mLとする。この液3mLずつを正確に量り、それぞれに  
78 メタノール/水混液(7:3)を加えて正確に100mLとし、試  
79 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lず  
80 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
81 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のプラゾシンのピー  
82 ク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

83 プラゾシン塩酸塩( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$84 = M_S \times A_T / A_S$$

85  $M_S$ ：プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

### 86 試験条件

87 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

88 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
89 の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。  
90 カラム温度：25°C付近の一定温度

91 移動相：メタノール/水/酢酸(100)/ジエチルアミン  
92 混液(3500:1500:50:1)

93 流量：プラゾシンの保持時間が約8分になるように調整  
94 する。

95 システム適合性

96 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
97 操作するとき、プラゾシンのピークの理論段数及びシ  
98 ンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下で

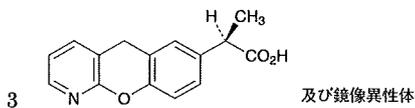
## 2 プラゾシン塩酸塩

- 99 ある。
- 100 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 101 で試験を6回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積
- 102 の相対標準偏差は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 密閉容器。

# 1 プラノプロフェン

## 1 プラノプロフェン

### 2 Pranoprofen



4  $C_{15}H_{13}NO_3$  : 255.27

5 (2*RS*)-2-(10*H*-9-Oxa-1-azaanthracen-6-yl)propanoic acid

6 [52549-17-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プラノプロフェン  
8 ( $C_{15}H_{13}NO_3$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、酢酸  
11 (100)にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、ア  
12 セトニトリル、エタノール(95)又は無水酢酸に溶けにくく、  
13 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  
14 い。

15 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→30)は旋光性  
16 を示さない。

### 17 確認試験

18 (1) 本品0.02gを1mol/L塩酸試液に溶かし、100mLとする。  
19 この液10mLをとり、水を加えて100mLとした液につき、紫  
20 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
21 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。

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

28 融点(2.60) 186～190°C

### 29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gをメタノール40mL及び希硝  
31 酸6mLに溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
32 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにメタノール  
33 40mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.021%以  
34 下)。

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

38 (3) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
39 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
40 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
41 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  
42 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
43 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプラノプ  
44 ロフェン以外のピーク的面積はそれぞれ標準溶液のプラノプ  
45 ロフェンのピーク面積より大きくない。また、それらのピー  
46 クの合計面積は、標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積  
47 の2倍より大きくない。

48 操作条件

49 検出器：紫外吸光度計(測定波長：275nm)

50 カラム：内径約6mm、長さ約15cmのステンレス管に  
51 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
52 ル化シリカゲルを充てんする。

53 カラム温度：25°C付近の一定温度

54 移動相：過塩素酸ナトリウム7.02gを水1000mLに溶か  
55 し、過塩素酸を用いてpH2.5に調整する。この液2容  
56 量にアセトニトリル1容量を加える。

57 流量：プラノプロフェンの保持時間が約10分になるよ  
58 うに調整する。

59 カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル4mg  
60 ずつを移動相200mLに溶かす。この液10μLにつき、  
61 上記の条件で操作するとき、プラノプロフェン、パラ  
62 オキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が  
63 2.1以上のものを用いる。

64 検出感度：標準溶液10μLから得たプラノプロフェンの  
65 ピーク高さが10～20mmになるように調整する。

66 面積測定範囲：プラノプロフェンの保持時間の約3倍の  
67 範囲

68 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、4時間)。

69 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

70 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸/  
71 酢酸(100)混液(7：3)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
72 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
73 補正する。

74 0.1mol/L過塩素酸1mL=25.53mg  $C_{15}H_{13}NO_3$

### 75 貯法

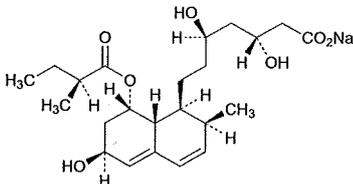
76 保存条件 遮光して保存する。

77 容器 気密容器。

1 プラバスタチンナトリウム

1 プラバスタチンナトリウム

2 Pravastatin Sodium



3

4 C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub> : 446.51

5 Monosodium(3*R*,5*R*)-3,5-dihydroxy-

6 7-[(1*S*,2*S*,6*S*,8*S*,8*aR*)-6-hydroxy-2-methyl-

7 8-[(2*S*)-2-methylbutanoyloxy]-

8 1,2,6,7,8,8*a*-hexahydronaphthalen-1-yl]heptanoate

9 [81131-70-6]

10 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱溶媒物に対し、  
11 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)98.5~101.0%を  
12 含む。

13 性状 本品は白色~帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末である。

14 本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)  
15 にやや溶けやすい。

16 本品は吸湿性である。

17 確認試験

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

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により測定するとき、波数2970cm<sup>-1</sup>、  
24 2880cm<sup>-1</sup>、1727cm<sup>-1</sup>及び1578cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

25 (3) 本品50mgをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とす  
26 る。別にプラバスタチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアン  
27 モニウム標準品24mgをメタノール2mLに溶かし、標準溶液  
28 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
29 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液2μLずつ  
30 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  
31 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  
32 ール(99.5)/酢酸(100)混液(80 : 16 : 1)を展開溶媒として約  
33 8cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
34 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポットは、  
35 標準溶液から得たスポットと色調及びR<sub>f</sub>値が等しい。

36 (4) 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応(1)  
37 (1.09)を呈する。

38 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +153~+159°(脱水及び脱溶媒物に  
39 換算したも0.1g, 水, 20mL, 100mm)。

40 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶  
41 かした液のpHは7.2~8.2である。

42 純度試験

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

46 (2) 類縁物質 本品0.10gを水/メタノール混液(11 :

47 9)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液10mLを正確に  
48 量り、水/メタノール混液(11 : 9)を加えて正確に100mLと  
49 する。この液5mLを正確に量り、水/メタノール混液(11 :  
50 9)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
51 及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
52 マトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の  
53 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  
54 液のプラバスタチン以外のピーク面積は、標準溶液のプラ  
55 バスタチンのピーク面積の1/5より大きくない。また、試  
56 料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は、標準溶  
57 液のプラバスタチンのピーク面積より大きくない。試料溶液  
58 及び標準溶液は15℃以下に保存する。

59 試験条件

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

62 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からプラバスタチンの  
63 保持時間の約2.5倍の範囲

64 システム適合性

65 検出の確認 : 標準溶液5mLを正確に量り、水/メタノ  
66 ール混液(11 : 9)を加えて正確に50mLとする。この  
67 液10μLから得たプラバスタチンのピーク面積が、標  
68 準溶液のプラバスタチンのピーク面積の7~13%にな  
69 ることを確認する。

70 システムの性能 : プラバスタチンナトリウム5mgを水/  
71 メタノール混液(11 : 9)50mLに溶かす。この液10μL  
72 につき、上記の条件で操作するとき、プラバスタチンの  
73 ピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ  
74 3500段以上、1.6以下である。

75 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
76 で試験を6回繰り返すとき、プラバスタチンのピーク  
77 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

78 (3) 残留溶媒 別に規定する。

79 水分(2.48) 4.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

80 定量法 本品約0.1gを精密に量り、水/メタノール混液(11 :  
81 9)に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
82 り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、水/メタノール混  
83 液(11 : 9)を加えて100mLとし、試料溶液とする。別にプラ  
84 バスタチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準  
85 品(別途0.5gにつき、容量滴定法, 直接滴定により水分  
86 (2.48)を測定しておく)約30mgを精密に量り、水/メタノ  
87 ール混液(11 : 9)に溶かし、正確に25mLとする。この液  
88 10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加えた後、  
89 水/メタノール混液(11 : 9)を加えて100mLとし、標準溶液  
90 とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液  
91 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物  
92 質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比  
93 Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

94 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の量(mg)

95 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 4 × 1.052

96 M<sub>S</sub> : 脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ  
97 チルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタ  
98 チンの量(mg)

## 2 プラバスタチンナトリウム

- 99 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの水/メタノール  
100 混液(11 : 9)溶液(3→4000)
- 101 試験条件
- 102 検出器：紫外吸光度計(測定波長：238nm)
- 103 カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
104 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
105 リカゲルを充てんする。
- 106 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 107 移動相：水/メタノール/酢酸(100)/トリエチルアミ  
108 ン混液(550 : 450 : 1 : 1)
- 109 流量：プラバスタチンの保持時間が約21分になるよう  
110 に調整する。
- 111 システム適合性
- 112 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
113 操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶  
114 出し，その分離度は10以上である。
- 115 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
116 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積  
117 に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準  
118 偏差は1.0%以下である。
- 119 貯法 容器 気密容器。

## 1 プラバスタチンナトリウム液

### 1 プラバスタチンナトリウム液

#### 2 Pravastatin Sodium Solution

本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応するプラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>: 446.51)を含む。

製法 本品は「プラバスタチンナトリウム」をとり、経口液剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」1mgに対応する容量をとり、あらかじめメタノール1mL及び水1mLで洗ったカラム(30μmのカラムクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体30mgを内径5.5mmのカラムクロマトグラフィー管に注入して調製したもの)に入れ、水1mLで洗い、メタノール1mLで流出する。流出液0.1mLをとり、水を加えて10mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長237~241nmに吸収の極大を示す。

pH 別に規定する。

純度試験 類縁物質 試料溶液及び標準溶液は調製後、15℃以下で保存する。本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」2mgに対応する容量をとり、メタノール/水混液(5:3)を加えて10mLとし、試料溶液とする。この液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、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、試料溶液のプラバスタチンに対する相対保持時間約0.24及び約0.85のピーク面積は、標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の2倍より大きくなく、試料溶液のプラバスタチン及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3/10より大きくない。また、試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3.5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プラバスタ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2mLを正確に量り、水/メタノール混液(1:1)を加えて正確に10mLとする。この液10μLから得たプラバスタチンのピーク面積が、標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の15~25%になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、プラバ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3400段以上、1.6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、プラバスタチ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) 分包したものは、質量偏差試験を行うとき、適合する。

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<sup>2</sup>CFU、総真菌数の許容基準は10<sup>1</sup>CFUである。また、大腸菌は認めない。

定量法 本品のプラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)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、水を加えて100mLとし、試料溶液とする。別にプラバスタチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約20mgを精密に量り、リン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液(1→200)に溶かし、正確に50mLとする。この液6mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、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プラバスタチンのピーク面積の比Q<sub>r</sub>及びQ<sub>s</sub>を求める。

プラバスタチンナトリウムの量(mg)

$$= M_s \times Q_r / Q_s \times 3 / 25 \times 1.052$$

M<sub>s</sub>: 脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量(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(3→10000)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 238nm)

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: 水/メタノール/酢酸(100)/トリエチルアミン混液(500:500:1:1)

流量: プラバスタチンの保持時間が約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、プラバスタチンの順に溶出し、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、内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

貯法 容器 気密容器。

1 プラバスタチンナトリウム細粒

1 プラバスタチンナトリウム細粒

2 Pravastatin Sodium Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>: 446.51)を含む。

5 製法 本品は「プラバスタチンナトリウム」をとり、顆粒剤  
6 の製法により製する。

7 確認試験 本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリウム」  
8 10mgに対応する量を取り、水20mLを加え、15分間超音波  
9 処理した後、遠心分離する。上澄液をろ過し、初めのろ液  
10 5mLを除き、次のろ液1mLに水を加えて50mLとした液につ  
11 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
12 測定するとき、波長237～241nmに吸収の極大を示す。

13 純度試験 類縁物質 試料溶液及び標準溶液は調製後、5℃以  
14 下で保存する。本品の表示量に従い「プラバスタチンナトリ  
15 ウム」25mgに対応する量を取り、水/メタノール混液(1:  
16 1)25mLを加え、15分間超音波処理した後、遠心分離する。  
17 上澄液をろ過し、初めのろ液5mLを除き、次のろ液を試料  
18 溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、水/メタノール  
19 混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
20 試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で  
21 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
22 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、  
23 試料溶液のプラバスタチンに対する相対保持時間約0.36及び  
24 約1.9のピーク面積は、それぞれ標準溶液のプラバスタチン  
25 のピーク面積の1/2及び3倍より大きくなく、試料溶液のプ  
26 ラバスタチン及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のプ  
27 ラバスタチンのピーク面積の1/5より大きくない。また、  
28 試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は、標準  
29 溶液のプラバスタチンのピーク面積の4.5倍より大きくない。  
30 ただし、プラバスタチンに対する相対保持時間約0.36、約  
31 0.28及び約0.88のピーク面積は、自動積分法で求めた面積に  
32 それぞれ感度係数0.58、0.86及び0.82を乗じた値とする。

33 試験条件

34 検出器：紫外吸光度計(測定波長：238nm)

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

38 カラム温度：25℃付近の一定温度

39 移動相A：水/メタノール/酢酸(100)/トリエチルア  
40 ミン混液(750:250:1:1)

41 移動相B：メタノール/水/酢酸(100)/トリエチルア  
42 ミン混液(650:350:1:1)

43 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
44 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	50	50
50～75	50→0	50→100

45 流量：毎分1.3mL

46 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後75分まで  
47 システム適合性

48 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、水/メタノ

49 ール混液(1:1)を加えて正確に10mLとする。この液  
50 20μLから得たプラバスタチンのピーク面積が、標準  
51 溶液のプラバスタチンのピーク面積の7～13%になる  
52 ことを確認する。

53 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
54 操作するとき、プラバスタチンのピークの理論段数及  
55 びシンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、1.6以  
56 下である。

57 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
58 で試験を6回繰り返すとき、プラバスタチンのピーク  
59 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

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

62 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、1mL中にプラ  
63 バスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)0.25mgを含む液となる  
64 ように内標準溶液V mLを正確に加え、15分間超音波処理し  
65 た後、遠心分離する。上澄液をろ過し、初めのろ液5mLを  
66 除き、次のろ液2mLを量り、水/メタノール混液(1:1)を加  
67 えて20mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

68 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の量(mg)  
69 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100 \times 1.052$$

70 M<sub>S</sub>：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ  
71 チルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタ  
72 チンの量(mg)

73 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノ  
74 ール混液(1:1)溶液(3→10000)

75 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
76 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
77 80%以上である。

78 本品の表示量に従いプラバスタチンナトリウム  
79 (C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)約5mgに対応する量を精密に量り、試験を開  
80 始し、規定された時間に溶出液20mL以上をとり、孔径  
81 0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ  
82 液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にプラバス  
83 タチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別  
84 途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で水分  
85 (2.48)を測定しておく)約23mgを精密に量り、水に溶かし、  
86 正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、水を加え  
87 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
88 溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
89 い、波長238nmにおける吸光度A<sub>T1</sub>及びA<sub>S1</sub>並びに波長  
90 265nmにおける吸光度A<sub>T2</sub>及びA<sub>S2</sub>を測定する。

91 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の表示量に対する  
92 溶出率(%)

93 
$$= M_S / M_T \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times 1 / C \times 27$$
  
94 
$$\times 0.806$$

95 M<sub>S</sub>：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ  
96 チルブチルアンモニウム標準品の秤取量(mg)

97 M<sub>T</sub>：本品の秤取量(g)

98 C：1g中のプラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の表示  
99 量(mg)

## 2 プラバスタチンナトリウム細粒

- 100 粒度 (6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。
- 101 定量法 本品のプラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)約
- 102 5mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液20mLを正確に
- 103 加え、15分間超音波処理した後、遠心分離する。上澄液を
- 104 ろ過し、初めのろ液5mLを除き、次のろ液2mLを量り、水
- 105 /メタノール混液(1:1)を加えて20mLとし、試料溶液とする。
- 106 別にプラバスタチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアン
- 107 モニウム標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様
- 108 の方法で水分(2.48)を測定しておく)約32mgを精密に量り、
- 109 水/メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に100mLとする。
- 110 この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた
- 111 後、水/メタノール混液(1:1)を加えて50mLとし、標準溶
- 112 液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で
- 113 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準
- 114 物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比
- 115  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。
- 116 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の量(mg)
- 117  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5 \times 1.052$
- 118  $M_S$ : 脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ
- 119 チルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタ
- 120 チンの量(mg)
- 121 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノー
- 122 ル混液(1:1)溶液(3 $\rightarrow$ 10000)
- 123 試験条件
- 124 「プラバスタチンナトリウム」の定量法の試験条件を準
- 125 用する。
- 126 システム適合性
- 127 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 128 操作するとき、内標準物質、プラバスタチンの順に溶
- 129 出し、その分離度は4以上である。
- 130 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 131 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 132 に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準
- 133 偏差は1.0%以下である。
- 134 貯法 容器 密閉容器。

1 プラバスタチンナトリウム錠

1 プラバスタチンナトリウム錠

2 Pravastatin Sodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>: 446.51)を含む。

5 製法 本品は「プラバスタチンナトリウム」をとり、錠剤の製  
6 法により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プラバスタチンナ  
8 トリウム」10mgに対応する量を取り、水20mLを加え、15  
9 分間超音波処理した後、遠心分離する。上澄液をろ過し、初  
10 めのろ液5mLを除き、次のろ液1mLに水を加えて50mLとし  
11 た液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
12 クトルを測定するとき、波長237～241nmに吸収の極大を示  
13 す。

14 純度試験 類縁物質 試料溶液及び標準溶液は調製後、15℃  
15 以下で保存する。本品を粉末とし、表示量に従い「プラバス  
16 タチンナトリウム」50mgに対応する量を取り、水/メタノ  
17 ール混液(1:1)40mLを加え、超音波処理した後、水/メタ  
18 ノール混液(1:1)を加えて50mLとする。この液を遠心分離  
19 し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、  
20 水/メタノール混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標  
21 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にと  
22 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
23 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  
24 り測定するとき、試料溶液のプラバスタチンに対する相対保  
25 持時間約0.36及び約1.9のピーク面積は、それぞれ標準溶液  
26 のプラバスタチンのピーク面積の3/10及び2倍より大きく  
27 なく、試料溶液のプラバスタチン及び上記以外のピークの面  
28 積は、標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の1/5より  
29 大きくない。また、試料溶液のプラバスタチン以外のピーク  
30 の合計面積は、標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の3  
31 倍より大きくない。ただし、プラバスタチンに対する相対保  
32 持時間約0.36、約0.28及び約0.88のピーク面積は、自動積分  
33 法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.58、0.86及び0.82を乗  
34 じた値とする。

35 試験条件

36 検出器：紫外吸光度計(測定波長：238nm)

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

40 カラム温度：25℃付近の一定温度

41 移動相A：水/メタノール/酢酸(100)/トリエチルア  
42 ミン混液(750:250:1:1)

43 移動相B：メタノール/水/酢酸(100)/トリエチルア  
44 ミン混液(650:350:1:1)

45 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
46 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	50	50
50～75	50→0	50→100

47 流量：毎分1.3mL

48 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後75分まで

49 システム適合性

50 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、水/メタノ  
51 ール混液(1:1)を加えて正確に10mLとする。この液  
52 20μLから得たプラバスタチンのピーク面積が、標準  
53 溶液のプラバスタチンのピーク面積の7～13%になる  
54 ことを確認する。

55 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
56 操作するとき、プラバスタチンのピークの理論段数及  
57 びシンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、1.6以  
58 下である。

59 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
60 で試験を6回繰り返すとき、プラバスタチンのピーク  
61 面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

62 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  
63 き、適合する。

64 本品1個をとり、1mL中にプラバスタチンナトリウム  
65 (C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)0.25mgを含む液となるように内標準溶液V  
66 mLを正確に加え、15分間超音波処理した後、遠心分離する。  
67 上澄液2mLを量り、水/メタノール混液(1:1)を加えて  
68 20mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

69 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の量(mg)  
70 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100 \times 1.052$$

71 M<sub>S</sub>：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ  
72 チルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタ  
73 チンの量(mg)

74 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノ  
75 ール混液(1:1)溶液(3→10000)

76 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
77 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
78 85%以上である。

79 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
80 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
81 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
82 正確に量り、表示量に従い1mL中にプラバスタチン  
83 (C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>O<sub>7</sub>)約5.5μgを含む液となるように水を加えて正確に  
84 V' mLとし、試料溶液とする。別にプラバスタチン1,1,3,3  
85 -テトラメチルブチルアンモニウム標準品(別途「プラバス  
86 タチンナトリウム」と同様の方法で水分(2.48)を測定して  
87 おく)約23mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLと  
88 する。この液3mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
89 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外  
90 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長238nmに  
91 おける吸光度A<sub>T1</sub>及びA<sub>S1</sub>並びに波長265nmにおける吸光度  
92 A<sub>T2</sub>及びA<sub>S2</sub>を測定する。

93 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の表示量に対する  
94 溶出率(%)

95 
$$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times 27$$
  
96 
$$\times 0.806$$

97 M<sub>S</sub>：脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ  
98 チルブチルアンモニウム標準品の秤取量(mg)

99 C：錠中のプラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の表

## 2 プラバスタチンナトリウム錠

100 示量(mg)

101 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
102 とする。プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)約10mgに  
103 対応する量を精密に量り、内標準溶液40mLを正確に加え、  
104 15分間超音波処理した後、遠心分離する。上澄液をろ過し、  
105 初めのろ液5mLを除き、次のろ液2mLを量り、水/メタノール  
106 混液(1:1)を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に  
107 プラバスタチン1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム  
108 標準品(別途「プラバスタチンナトリウム」と同様の方法で  
109 水分(2.48)を測定しておく)約32mgを精密に量り、水/メ  
110 タノール混液(1:1)に溶かし、正確に100mLとする。この  
111 液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
112 水/メタノール混液(1:1)を加えて50mLとし、標準溶液と  
113 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
114 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
115 のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比 $Q_T$   
116 及び $Q_S$ を求める。

117 プラバスタチンナトリウム(C<sub>23</sub>H<sub>35</sub>NaO<sub>7</sub>)の量(mg)

$$118 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5 \times 1.052$$

119  $M_S$ : 脱水物に換算したプラバスタチン1,1,3,3-テトラメ  
120 チルブチルアンモニウム標準品の称取量中のプラバスタ  
121 チンの量(mg)

122 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノール  
123 混液(1:1)溶液(3 $\rightarrow$ 10000)

124 試験条件

125 「プラバスタチンナトリウム」の定量法の試験条件を準  
126 用する。

127 システム適合性

128 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
129 操作するとき、内標準物質、プラバスタチンの順に溶  
130 出し、その分離度は4以上である。

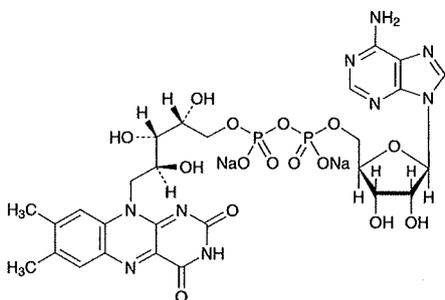
131 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
132 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
133 に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準  
134 偏差は1.0%以下である。

135 貯法 容器 密閉容器。

1 フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

2 ウム

3 Flavin Adenine Dinucleotide Sodium



4  $C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$  : 829.51

5 Disodium adenosine 5'-[(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-

6 dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-

7 trihydroxypentyl diphosphate]

8 [84366-81-4]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フラビンア  
10 デニンジヌクレオチドナトリウム( $C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$ )93.0%  
11 以上を含む。

12 性状 本品はだいたい黄色～淡黄褐色の粉末で、においはない  
13 か、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

14 本品は水に溶けやすく、メタノール、エタノール(95)、エ  
15 チレングリコール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。  
16 本品は吸湿性である。

17 本品は光によって分解する。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→100000)は淡黄緑色で強い黄緑色の  
20 蛍光を発する。この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02g  
21 を加えるとき、液の色及び蛍光は消えるが、空气中で振り混  
22 ぜるとき、徐々に再び現れる。また、液の蛍光は希塩酸又は  
23 水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える。

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

28 (3) 本品0.1gに硝酸10mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、  
29 更に強熱する。残留物に薄めた硝酸(1→50)10mLを加えて5  
30 分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必  
31 要ならばろ過するとき、液はナトリウム塩の定性反応  
32 (1.09)及びリン酸塩の定性反応(1.09)の(1)及び(3)を呈す  
33 る。

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -21.0～-25.5°(脱水物に換算した  
35 もの0.3g, 水, 20mL, 100mm)。

36 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5～  
37 6.5である。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品0.20gを水10mLに溶かすとき、液はだい  
40 だいたい黄色澄明である。

41 (2) 遊離リン酸 本品約20mgを精密に量り、水10mLに

42 溶かし、試料溶液とする。別にリン酸標準液2mLを正確に  
43 量り、水10mLを加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準  
44 溶液それぞれに薄めた過塩素酸(100→117)2mLを加え、七  
45 モリブデン酸六アンモニウム試液1mL及び塩酸2,4-ジアミ  
46 ノフェノール試液2mLを加えて振り混ぜ、水を加えて正確  
47 に25mLとし、20±1°Cで30分間放置する。これらの液につ  
48 き、水2mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫  
49 外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及  
50 び標準溶液から得たそれぞれの液の波長730nmにおける吸  
51 光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定するとき、遊離リン酸の量は0.25%以  
52 下である。

53 遊離リン酸( $H_3PO_4$ )の量(%)= $A_T/A_S \times 1/M \times 5.16$

54  $M$ : 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

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

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

60 (5) 類縁物質 本品0.10gを移動相200mLに溶かし、試料  
61 溶液とする。この液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマト  
62 グラフィー(2.01)により試験を行う。フラビンアデニンジ  
63 ヌクレオチドのピーク面積 $A$ 及びそれ以外のピークの合計面  
64 積 $S$ を自動積分法により測定するとき、 $S/(A+S)$ は0.10以  
65 下である。

66 試験条件

67 カラム, カラム温度, 移動相, 流量及び面積測定範囲は  
68 定量法(1)操作法(ii)の試験条件を準用する。

69 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 260nm)

70 システム適合性

71 システムの性能は定量法(1)操作法(ii)のシステム適合性  
72 を準用する。

73 検出の確認: 試料溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
74 えて正確に20mLとし、システム適合性試験用溶液と  
75 する。この液20 $\mu$ Lから得たフラビンアデニンジヌク  
76 レオチドのピーク面積が、試料溶液のフラビンアデニ  
77 ンジヌクレオチドのピーク面積の8～12%になること  
78 を確認する。

79 システムの再現性: システム適合性試験用溶液20 $\mu$ Lに  
80 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フラビ  
81 ンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏  
82 差は1.0%以下である。

83 水分(2.48) 水分測定用メタノール/水分測定用エチレング  
84 リコール混液(1:1)50mLを乾燥した滴定用フラスコにとり、  
85 水分測定用試液で終点まで滴定する。次に本品約0.1gを精密  
86 に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試  
87 液の一定量を加え、10分間かき混ぜた後、試験を行うとき、  
88 水分は10.0%以下である。

89 定量法

90 (1) 操作法

91 (i) 総フラビン量 本操作は、光を避け、遮光した容器を  
92 用いて行う。本品約0.1gを水200mLに溶かす。この液5mL  
93 を正確に量り、塩化亜鉛試液5mLを加え、水浴中で30分間  
94

## 2 フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

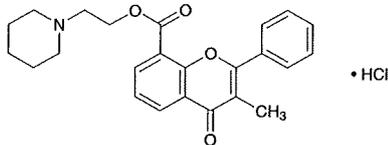
- 95 加熱し、冷後、水を加えて正確に100mLとし、試料溶液と 146  $f_T$  : 操作法(i)より得られる本品中の総フラビン量(mg)
- 96 する。別にリボフラビン標準品を105°Cで2時間乾燥し、そ 147  $f_R$  : 操作法(ii)より得られる本品中のフラビンアデニンジ
- 97 の約50mgを精密に量り、薄めた酢酸(100)(1→100)200mLに 148 ヌクレオチドのピーク面積比
- 98 加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に500mLとする。
- 99 この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、 149 貯法
- 100 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照と 150 保存条件 遮光して保存する。
- 101 し、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 151 容器 気密容器。
- 102 450nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。
- 103 総フラビン量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S \times 4 / 5$
- 104  $M_S$  : リボフラビン標準品の秤取量(mg)
- 105 (ii) フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比 本 106 品0.1gを水200mLに溶かし、試料溶液とする。この液5 $\mu$ Lに
- 107 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試 108 験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、フ
- 109 ラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 $A$ 及びそれ以外 110 のピークの合計面積 $S$ を求める。
- 111 フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比
- 112 =  $1.08A / (1.08A + S)$
- 113 試験条件
- 114 検出器 : 可視吸光度計(測定波長 : 450nm)
- 115 カラム : 内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの
- 116 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ 117 カゲルを充てんする。
- 118 カラム温度 : 35°C付近の一定温度
- 119 移動相 : リン酸二水素カリウム溶液(1→500)/メタノー 120 ル混液(4 : 1)
- 121 流量 : フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 122 10分になるように調整する。
- 123 面積測定範囲 : フラビンアデニンジヌクレオチドの保持 124 時間の約4.5倍の範囲
- 125 システム適合性
- 126 検出の確認 : 試料溶液2mLを正確に量り、水を加えて 127 正確に20mLとし、システム適合性試験用溶液とする。
- 128 システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り、水を加えて 129 正確に20mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たフラ
- 130 ビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が、システ 131 ム適合性試験用溶液のフラビンアデニンジヌクレオチ
- 132 ドのピーク面積の8~12%になることを確認する。
- 133 システムの性能 : 本品及びリン酸リボフラビンナトリウ 134 ム20mgずつを水100mLに溶かす。この液5 $\mu$ Lにつき、
- 135 上記の条件で操作するとき、フラビンアデニンジヌク 136 レオチド、リン酸リボフラビンの順に溶出し、その分
- 137 離度は2.0以上である。
- 138 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液5 $\mu$ Lにつ 139 き、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フラビン
- 140 アデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差 141 は1.0%以下である。
- 142 (2) 計算式
- 143 フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム
- 144 ( $C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$ )の量(mg)
- 145 =  $f_T \times f_R \times 2.2040$

1 フラボキサート塩酸塩

1 フラボキサート塩酸塩

2 Flavoxate Hydrochloride

3 塩酸フラボキサート



5  $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$  : 427.92

6 2-(Piperidin-1-yl)ethyl 3-methyl-4-oxo-2-phenyl-4H-

7 chromene-8-carboxylate monohydrochloride

8 [3717-88-2]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フラボキサート塩酸  
10 塩( $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は酢酸(100)又はクロロホルムにやや溶けにくく、水  
13 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  
14 チルエーテルにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫  
17 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
19 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
20 認める。

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

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

27 純度試験

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

31 (2) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第4法により検液を調  
32 製し、試験を行う(1ppm以下)。

33 (3) 類縁物質 本品80mgをとり、クロロホルム10mLに  
34 溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロ  
35 ロホルムを加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に  
36 量り、クロロホルムを加えて正確に20mLとし、標準溶液と  
37 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
38 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層ク  
39 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  
40 た薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸  
41 (100)混液(3:1:1)を展開溶媒として、約12cm展開した後、  
42 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
43 とき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶  
44 液から得たスポットより濃くない。

45 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 2時間)。

46 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

47 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸

48 (100)10mL及びアセトニトリル40mLを加えて溶かした後、  
49 無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
50 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

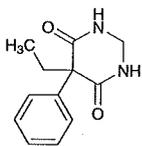
51 0.1mol/L過塩素酸1mL=42.79mg  $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$

52 貯法 容器 気密容器。

1 プリミドン

1 プリミドン

2 Primidone



3

4  $C_{12}H_{14}N_2O_2$  : 218.25

5 5-Ethyl-5-phenyl-2,3-dihydropyrimidine-4,6(1*H*,5*H*)-dione

6 [125-33-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プリミドン  
8 ( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒で、においはなく、味  
10 はわずかに苦い。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、ピ  
12 リジンにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、水  
13 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。

14 確認試験

15 (1) 本品0.5gを薄めた硫酸(1→2)5mLと加熱するとき、ホル  
16 ムアルデヒド臭を發する。

17 (2) 本品0.2gに無水炭酸ナトリウム0.2gを混ぜ、加熱する  
18 とき、發生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

19 融点 (2.60) 279~284°C

20 純度試験

21 (1) 溶状 本品0.10gを*N,N*-ジメチルホルムアミド  
22 10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

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

26 (3) 2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 本品0.10g  
27 をピリジン2mLに溶かし、内標準溶液2mLを正確に加え、  
28 更にビストリメチルシリルアセトアミド1mLを加え、よく  
29 振り混ぜた後、100°Cで5分間加熱する。冷後、ピリジン  
30 を加えて10mLとし、試料溶液とする。別に2-エチル-2-  
31 フェニルマロンジアミド50mgをピリジンに溶かし、正確に  
32 100mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液2mL  
33 を正確に加え、以下本品と同様に操作し、標準溶液とする。  
34 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  
35 グラフィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク  
36 面積に対する2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク  
37 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  
38 ない。

39 内標準溶液 ステアリルアルコールのピリジン溶液(1→  
40 2000)

41 試験条件

42 検出器：水素炎イオン化検出器

43 カラム：内径3mm、長さ150cmのガラス管に、ガスク  
44 ロマトグラフィー用50%フェニルメチルシリコー  
45 ンポリマーを125~150μmのガスクロマトグラフィー  
46 用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充てんす  
47 る。

48 カラム温度：195°C付近の一定温度

49 キャリヤーガス：窒素

50 流量：ステアリルアルコールの保持時間が約10分にな  
51 るように調整する。

52 システム適合性

53 システムの性能：標準溶液2μLにつき、上記の条件で操  
54 作するとき、2-エチル-2-フェニルマロンジアミ  
55 ド、内標準物質の順に流出し、その分離度は3以上で  
56 ある。

57 システムの再現性：標準溶液2μLにつき、上記の条件で  
58 試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
59 対する2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピー  
60 ク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である。

61 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

62 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

63 定量法 本品及びプリミドン標準品を乾燥し、その約20mgず  
64 つを精密に量り、それぞれに20mLのエタノール(95)を加え、  
65 加温して溶かす。冷後、エタノール(95)を加えて正確に  
66 25mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標  
67 準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を  
68 行い、波長257nm付近の吸収極大波長における吸光度 $A_1$ 並  
69 びに波長254nm及び261nm付近の吸収極小波長における吸  
70 光度 $A_2$ 及び $A_3$ を測定する。

71 プリミドン( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )の量(mg)

$$72 = M_S \times (2A_1 - A_2 - A_3)_T / (2A_1 - A_2 - A_3)_S$$

73  $M_S$ ：プリミドン標準品の秤取量(mg)

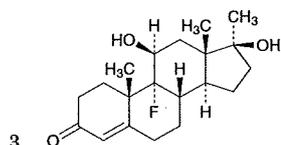
74 ただし、 $(2A_1 - A_2 - A_3)_T$ は試料溶液についての、 $(2A_1 -$   
75  $A_2 - A_3)_S$ は標準溶液についての値である。

76 貯法 容器 気密容器。

# 1 フルオキシメステロン

## 1 フルオキシメステロン

### 2 Fluoxymesterone



4 C<sub>20</sub>H<sub>29</sub>FO<sub>3</sub> : 336.44

5 9-Fluoro-11β,17β-dihydroxy-17-methylandrosta-4-en-3-one

6 [76-43-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フルオキシメステロン(C<sub>20</sub>H<sub>29</sub>FO<sub>3</sub>)97.0~102.0%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。  
10 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)又は  
11 クロロホルムに溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶け  
12 にくく、水にほとんど溶けない。

#### 13 確認試験

14 (1) 本品5mgを硫酸2mLに溶かすとき、液は黄色を呈す  
15 る。

16 (2) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
17 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
18 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
19 呈する。

20 (3) 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき、紫外  
21 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオキシメ  
23 ステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
24 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
25 様の強度の吸収を認める。

26 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
27 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
28 本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオキシメステロン標  
29 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  
30 波長のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらの  
31 スペクトルに差を認めるときは、本品及びフルオキシメステ  
32 ロン標準品をそれぞれエタノール(99.5)に溶かした後、エタ  
33 ノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +104~+112°(乾燥後, 0.1g, エタ  
35 ノール(95), 10mL, 100mm)。

#### 36 純度試験

37 (1) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
38 試験を行う。比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以  
39 下)。

40 (2) 類縁物質 本品0.03gをメタノール10mLに溶かし、  
41 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
42 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
43 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
44 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
45 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
46 トする。次にトルエン/エタノール(95)/酢酸エチル混液  
47 (3:1:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風

48 乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料  
49 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
50 たスポットより濃くない。

51 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.5g, 白金るつぼ)。

53 定量法 本品及びフルオキシメステロン標準品を乾燥し、その  
54 約25mgずつを精密に量り、それぞれを内標準溶液に溶かし、  
55 正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶  
56 液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラ  
57 フィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積  
58 に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$   
59 を求める。

60 フルオキシメステロン(C<sub>20</sub>H<sub>29</sub>FO<sub>3</sub>)の量(mg)

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

62  $M_S$  : フルオキシメステロン標準品の秤取量(mg)

63 内標準溶液 メチルプレドニゾロンのクロロホルム/メタ  
64 ノール混液(19:1)溶液(1→5000)

#### 65 試験条件

66 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

67 カラム : 内径4.6mm, 長さ30cmのステンレス管に5μm  
68 の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。  
69 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

70 移動相 : 塩化*n*-ブチル/水飽和塩化*n*-ブチル/テト  
71 ラヒドロフラン/メタノール/酢酸(100)混液(95 :  
72 95 : 14 : 7 : 6)

73 流量 : フルオキシメステロンの保持時間が約9分になる  
74 ように調整する。

#### 75 システム適合性

76 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
77 操作するとき、フルオキシメステロン、内標準物質の  
78 順に溶出し、その分離度は6以上である。

79 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
80 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
81 に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比の相  
82 対標準偏差は1.5%以下である。

#### 83 貯法

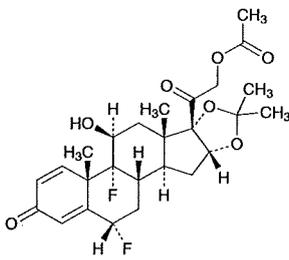
84 保存条件 遮光して保存する。

85 容器 密閉容器。

# 1 フルオシノニド

## 1 フルオシノニド

### 2 Fluocinonide



3

4  $C_{26}H_{32}F_2O_7$  : 494.52

5 6 $\alpha$ ,9-Difluoro-11 $\beta$ ,21-dihydroxy-16 $\alpha$ ,17-

6 (1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-

7 3,20-dione 21-acetate

8 [356-12-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フルオシノニド  
10 ( $C_{26}H_{32}F_2O_7$ )97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はクロロホルムにやや溶けにくく、アセトニトリル、  
13 メタノール、エタノール(95)又は酢酸エチルに溶けにくく、  
14 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  
15 い。

#### 16 確認試験

17 (1) 本品0.01gに水4mL及びフェーリング試液1mLを加え  
18 て加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
20 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
21 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
22 する。

23 (3) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
24 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
25 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオシノニド標  
26 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
27 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
28 吸収を認める。

29 (4) 本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し、赤外吸収ス  
30 pektル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により測定し、  
31 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  
32 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  
33 スペクトルに差を認めるときは、それぞれを酢酸エチルに溶  
34 かした後、酢酸エチルを蒸発し、残留物につき、同様の試験  
35 を行う。

36 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +81~+89°(乾燥後, 0.2g, クロロ  
37 ホルム, 20mL, 100mm)。

38 純度試験 類縁物質 本品10mgをクロロホルム2mLに溶かし、  
39 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
40 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液  
41 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
42 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
43 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  
44 クロロホルム/メタノール混液(97:3)を展開溶媒として約

45 12cm展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブ  
46 ルーテトゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液か  
47 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  
48 ットより濃くない。

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

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g, 白金るつば)。

51 定量法 本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し、その約  
52 20mgずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル50mL  
53 に溶かし、次に内標準溶液8mLずつを正確に加えた後、水  
54 を加えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料  
55 溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグ  
56 ラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面  
57 積に対するフルオシノニドのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
58 める。

59 フルオシノニド( $C_{26}H_{32}F_2O_7$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

60  $M_S$  : フルオシノニド標準品の秤取量(mg)

61 内標準溶液 安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→  
62 100)

63 試験条件

64 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

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

68 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

69 移動相 : 水/アセトニトリル混液(1 : 1)

70 流量 : フルオシノニドの保持時間が約8分になるように  
71 調整する。

72 システム適合性

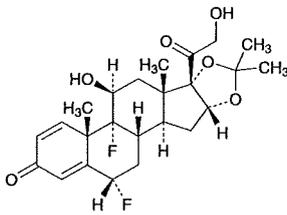
73 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
74 操作するとき、フルオシノニド、内標準物質の順に溶  
75 出し、その分離度は6以上である。

76 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
77 で試験を6回繰り返し返すとき、内標準物質のピーク面積  
78 に対するフルオシノニドのピーク面積の比の相対標準  
79 偏差は1.0%以下である。

80 貯法 容器 密閉容器。

1 フルオシノロンアセトニド

2 Fluocinolone Acetonide



3

4  $C_{24}H_{30}F_2O_6$  : 452.49

5 6 $\alpha$ ,9-Difluoro-11 $\beta$ ,21-dihydroxy-16 $\alpha$ ,17-

6 (1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione

7 [67-73-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルオシノロンアセ  
9 トニド( $C_{24}H_{30}F_2O_6$ )97.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。  
11 本品は酢酸(100)又はアセトンに溶けやすく、エタノール  
12 (95)又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、メタノール又  
13 はクロロホルムにやや溶けにくく、アセトニトリルに溶けに  
14 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  
15 溶けない。  
16 融点：266~274°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、液は黄色を呈す  
19 る。  
20 (2) 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし、フェーリング  
21 試液1mLを加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。  
22 (3) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
23 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
24 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
25 する。  
26 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
27 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
28 本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオシノロンアセトニ  
29 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  
30 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  
31 らのスペクトルに差を認めるときは、本品及びフルオシノロ  
32 ンアセトニド標準品をそれぞれアセトンに溶かした後、アセ  
33 トンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +98~+108°(乾燥後, 0.1g, メタノ  
35 ール, 10mL, 100mm)。

36 純度試験 類縁物質 本品15mgを移動相25mLに溶かし、試  
37 料溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて  
38 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
39 液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
40 ィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
41 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフルオ  
42 シノロンアセトニド以外のピークの合計面積は、標準溶液の  
43 フルオシノロンアセトニドのピーク面積より大きくない。

44 試験条件

45 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

46 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
47 の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする。  
48 カラム温度：30°C付近の一定温度

49 移動相：水飽和クロロホルム/メタノール/酢酸(100)  
50 混液(200 : 3 : 2)

51 流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約12分  
52 になるように調整する。

53 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルオシノロンア  
54 セトニドの保持時間の約2倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
57 えて正確に100mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たフル  
58 オシノロンアセトニドのピーク面積が、標準溶液のフル  
59 オシノロンアセトニドのピーク面積の4~6%になる  
60 ことを確認する。

61 システムの性能：本品及びトリウムシノロンアセトニド  
62 15mgずつを移動相25mLに溶かす。この液5mLに移  
63 動相を加えて20mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上  
64 記の条件で操作するとき、トリウムシノロンアセトニ  
65 ド、フルオシノロンアセトニドの順に溶出し、その分  
66 離度は1.9以上である。

67 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
68 で試験を6回繰り返すとき、フルオシノロンアセトニ  
69 ドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

70 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.2g, 減圧, 105°C, 3時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.2g, 白金のつぼ)。

72 定量法 本品及びフルオシノロンアセトニド標準品を乾燥し、  
73 その約20mgずつを精密に量り、それぞれをメタノール  
74 40mLに溶かし、次に内標準溶液10mLずつを正確に加えた  
75 後、水を加えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
76 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
77 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
78 ク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比  
79  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

80 フルオシノロンアセトニド( $C_{24}H_{30}F_2O_6$ )の量(mg)

$$81 = M_S \times Q_T / Q_S$$

82  $M_S$ ：フルオシノロンアセトニド標準品の秤取量(mg)

83 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液  
84 (1→2500)

85 試験条件

86 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

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

90 カラム温度：40°C付近の一定温度

91 移動相：水/アセトニトリル混液(7 : 3)

92 流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約20分  
93 になるように調整する。

94 システム適合性

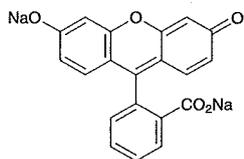
95 システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及び  
96 パラオキシ安息香酸プロピル5mgずつをアセトニトリ  
97 ル50mLに溶かし、更に水を加えて100mLとする。こ

## 2 フルオシノロンアセトニド

- 98 の液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、パラ  
99 オキシ安息香酸イソプロピル、パラオキシ安息香酸ブ  
100 ロピルの順に溶出し、その分離度は1.9以上である。  
101 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
102 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
103 に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比  
104 の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 105 貯法
- 106 保存条件 遮光して保存する。
- 107 容器 気密容器。

1 フルオレセインナトリウム

2 Fluorescein Sodium



3

4  $C_{20}H_{10}Na_2O_5$  : 376.27

5 Disodium 2-(6-oxido-3-oxo-3*H*-xanthen-9-yl)benzoate

6 [518-47-8]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、フルオレセ  
8 インナトリウム( $C_{20}H_{10}Na_2O_5$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品はだいたい色の粉末で、におい及び味はない。

10 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶解やすく、  
11 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

12 本品は吸湿性である。

13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→100)は緑色の強い蛍光を発し、この  
15 蛍光は多量の水を加えても消えないが、塩酸を加えて酸性に  
16 するとき消え、次に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ  
17 性とするとき、蛍光は再び現れる。

18 (2) 本品の水溶液(1→2000)1滴をろ紙片に滴下するとき、  
19 黄色の斑点を生じる。このろ紙片を湿ったまま臭素蒸気中に  
20 1分間放置し、次にアンモニアガスに接触するとき、斑点は  
21 赤色を呈する。

22 (3) 本品0.5gを強熱して炭化し、冷後、残留物に水20mL  
23 を加えて振り混ぜ、ろ過した液は、ナトリウム塩の定性反応  
24 (1.09)を呈する。

25 純度試験

26 (1) 溶状 本品1gを水10mLに溶かすとき、液は赤色澄明  
27 である。

28 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.15gを水20mLに溶かし、希硝  
29 酸6mL及び水を加えて30mLとし、ろ過する。ろ液20mLに  
30 希硝酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
31 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える  
32 (0.355%以下)。

33 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.20gを水30mLに溶かし、希塩  
34 酸2.5mL及び水を加えて40mLとし、ろ過する。ろ液20mL  
35 に水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
36 比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.480%以下)。

37 (4) 亜鉛 本品0.10gを水10mLに溶かし、塩酸2mLを加  
38 えてろ過する。ろ液にヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム試液  
39 0.1mLを加えるとき、液は直ちに混濁を生じない。

40 (5) 類縁物質 本品0.20gをとり、メタノール10mLを正  
41 確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層ク  
42 ロマトグラフィー (2.03)により試験を行う。試料溶液5 $\mu$ L  
43 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  
44 層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/アン  
45 モニア水(28)(30 : 15 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した  
46 後、薄層板を風乾するとき、主スポット以外の着色スポット  
47 を認めない。

48 乾燥減量 (2.41) 10.0%以下(1g, 105°C, 恒量)。

49 定量法 本品約0.5gを精密に量り、分液漏斗に入れ、水20mL  
50 に溶かし、希塩酸5mLを加え、2-メチル-1-プロパノール  
51 ル/クロロホルム混液(1 : 1)20mLずつで4回抽出する。各  
52 抽出液は毎回同じ水10mLで洗う。全抽出液を合わせ、水浴  
53 上で空気を送りながら、2-メチル-1-プロパノール及び  
54 クロロホルムを蒸発し、残留物をエタノール(99.5)10mLに  
55 溶かし、水浴上で蒸発乾固し、105°Cで1時間乾燥し、質量  
56 を量り、フルオレセイン( $C_{20}H_{12}O_5$  : 332.31)の量とする。

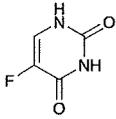
57 フルオレセインナトリウム( $C_{20}H_{10}Na_2O_5$ )の量(mg)

58 =フルオレセイン( $C_{20}H_{12}O_5$ )の量(mg)× 1.132

59 貯法 容器 気密容器。

## 1 フルオロウラシル

2 Fluorouracil



3

4  $C_4H_3FN_2O_2$  : 130.08

5 5-Fluorouracil

6 [51-21-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フルオロウラシル  
8 ( $C_4H_3FN_2O_2$ )98.5%以上を含み、また、フッ素(F:  
9 19.00)13.1~16.1%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水にや  
12 や溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエー  
13 テルにほとんど溶けない。

14 融点：約282°C(分解)。

## 15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→500)5mLに臭素試液0.2mLを加える  
17 とき、試液の色は消える。更に水酸化バリウム試液2mLを  
18 加えるとき、紫色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
20 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
21 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
22 する。

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

## 28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.20gを水20mLに加温して溶かすとき、  
30 液は無色澄明である。

31 (2) フッ化物 本品0.10gをとり、薄めた0.01mol/L水酸  
32 化ナトリウム試液(1→20)10.0mLに溶かす。この液5.0mLを  
33 20mLのメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試  
34 液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(Ⅲ)  
35 試液混液(1:1:1)10mLを加え、更に水を加えて20mLとし  
36 た後、1時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液  
37 1.0mLを20mLのメスフラスコにとり、薄めた0.01mol/L水  
38 酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え、アリザリンコン  
39 プレキソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸  
40 セリウム(Ⅲ)試液混液(1:1:1)10mLを加え、以下試料溶液  
41 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、  
42 薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを用い  
43 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  
44 (2.24)により試験を行うとき、波長600nmにおける試料溶  
45 液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない(0.012%以  
46 下)。

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

49 下)。

50 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gをるつぼにとり、硝酸マグネ  
51 シウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え、  
52 エタノールに点火して燃焼させた後、750~850°Cで強熱し  
53 て灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少  
54 量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希  
55 塩酸10mLを加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液と  
56 し、試験を行う(2ppm以下)。

57 (5) 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液  
58 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
59 200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
60 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
61 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  
62 (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  
63 酢酸エチル/アセトン/水混液(7:4:1)を展開溶媒として  
64 約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
65 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以  
66 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。

67 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 80°C, 4時間)。

68 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

## 69 定量法

70 (1) フルオロウラシル 本品を乾燥し、その約0.2gを精密  
71 に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド20mLに溶かし、  
72 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  
73 (2.50)する(指示薬：チモールブルー・*N,N*-ジメチルホル  
74 ムアミド試液3滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色  
75 を経て青色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、  
76 補正する。

77 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
78 = 13.01mg  $C_4H_3FN_2O_2$

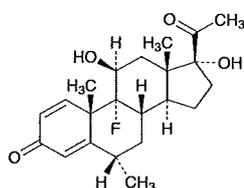
79 (2) フッ素 本品を乾燥し、その約4mgを精密に量り、  
80 0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液  
81 を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)のフッ素の定量  
82 操作法により試験を行う。

83 貯法 容器 気密容器。

1 フルオロメトロン

1 フルオロメトロン

2 Fluorometholone



4 C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>FO<sub>4</sub>: 376.46

5 9-Fluoro-11β,17-dihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-

6 3,20-dione

7 [426-13-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルオロメトロン  
9 (C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>FO<sub>4</sub>)97.0~103.0%を含む。

10 性状 本品は白色~淡黄白色の結晶性の粉末で、おいはない。  
11 本品はピリジンに溶けやすく、メタノール、エタノール  
12 (99.5)又はテトラヒドロフランに溶けにくく、水又はジエチ  
13 ルエーテルにほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品7mgをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
16 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
17 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
18 呈する。

19 (2) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
20 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
21 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオロメトロン  
22 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  
23 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  
24 の吸収を認める。

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
27 本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオロメトロン標準品  
28 のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
29 のところに同様の強度の吸収を認める。

30 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>: +52~+60°(乾燥後, 0.1g, ピリジ  
31 ン, 10mL, 100mm)。

32 純度試験

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

36 (2) 類縁物質 本品20mgをテトラヒドロフラン10mLに  
37 溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、テト  
38 ラヒドロフランを加えて正確に100mLとし、標準溶液とす  
39 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)に  
40 より試験を行う。試料溶液及び標準溶液25μLずつを薄層ク  
41 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  
42 た薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/アセトン/  
43 メタノール混液(45:5:1)を展開溶媒として約12cm展開し  
44 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照  
45 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、  
46 標準溶液から得たスポットより濃くない。

47 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.2g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
48 3時間)。

49 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.2g, 白金るつぼ)。

50 定量法 本品及びフルオロメトロン標準品を乾燥し、その約  
51 0.1gずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正  
52 確に100mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞ  
53 れに薄めたメタノール(7→10)を加え、正確に50mLとする。  
54 この液10mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液  
55 10mLを正確に加えた後、薄めたメタノール(7→10)を加え  
56 て100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
57 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  
58 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
59 するフルオロメトロンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

60 フルオロメトロン(C<sub>22</sub>H<sub>29</sub>FO<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

61 M<sub>S</sub>:フルオロメトロン標準品の秤取量(mg)

62 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
63 (1→10000)

64 操作条件

65 検出器:紫外吸光光度計(測定波長:254nm)

66 カラム:内径約4mm,長さ25~30cmのステンレス管に  
67 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
68 ル化シリカゲルを充てんする。

69 カラム温度:35°C付近の一定温度

70 移動相:薄めたメタノール(7→10)

71 流量:フルオロメトロンの保持時間が約8分になるよう  
72 に調整する。

73 カラムの選定:標準溶液20μLにつき、上記の条件で操  
74 作するとき、フルオロメトロン、内標準物質の順に溶  
75 出し、その分離度が4以上のものを用いる。

76 貯法

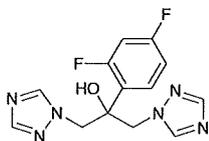
77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 密閉容器。

# 1 フルコナゾール

## 1 フルコナゾール

### 2 Fluconazole



4 C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O : 306.27

5 2-(2,4-Difluorophenyl)-1,3-bis(1H-1,2,4-triazol-1-yl)propan-2-ol  
6 [86386-73-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フルコナゾール  
8 (C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O)99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

10 本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、水に溶けにく  
11 い。

12 本品は希塩酸に溶ける。

### 13 確認試験

14 (1) 本品0.1gを希塩酸10mLに溶かし、ライネツケ塩試液  
15 1mLを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

16 (2) 本品の0.01mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→  
17 4000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
18 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  
19 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  
20 様の強度の吸収を認める。

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

25 融点(2.60) 137~141°C

### 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品0.10gを水50mLに溶かすとき、液は無色  
28 澄明である。

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

32 (3) 類縁物質 本品30mgを移動相10mLに溶かし、試料  
33 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
34 確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加  
35 えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
36 溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
37 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピ  
38 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフル  
39 コナゾールに対する相対保持時間約0.60の類縁物質Iのピー  
40 ク面積は、標準溶液のフルコナゾールのピーク面積の6倍よ  
41 り大きくなく、試料溶液のフルコナゾール及び類縁物質I以  
42 外のピークの面積は、標準溶液のフルコナゾールのピーク面  
43 積より大きくない。また、試料溶液のフルコナゾール以外の  
44 ピークの合計面積は、標準溶液のフルコナゾールのピーク面  
45 積の8倍より大きくない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

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

51 カラム温度：40°C付近の一定温度

52 移動相：水/アセトニトリル混液(4：1)

53 流量：フルコナゾールの保持時間が約10分になるよう  
54 に調整する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルコナゾールの  
56 保持時間の約3倍の範囲

57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
59 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たフル  
60 コナゾールのピーク面積が、標準溶液のフルコナゾ  
61 ールのピーク面積の35~65%になることを確認する。

62 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
63 操作するとき、フルコナゾールのピークの理論段数及  
64 びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以  
65 下である。

66 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
67 で試験を6回繰り返すとき、フルコナゾールのピーク  
68 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

69 (4) 残留溶媒 別に規定する。

70 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、無水酢酸  
73 /酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸  
74 で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行  
75 い、補正する。

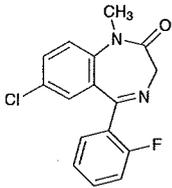
76 0.1mol/L過塩素酸1mL=15.31mg C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O

77 貯法 容器 気密容器。

1 フルジアゼパム

1 フルジアゼパム

2 Fludiazepam



3

4 C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>ClFN<sub>2</sub>O : 302.73

5 7-Chloro-5-(2-fluorophenyl)-1-methyl-1,3-dihydro-

6 2H-1,4-benzodiazepin-2-one

7 [3900-31-0]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルジアゼパム  
9 (C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>ClFN<sub>2</sub>O)99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、エ  
12 タノール(95)、酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやす  
13 く、水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
16 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
17 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
18 呈する。

19 (2) 本品のメタノール溶液(1→200000)につき、紫外可視  
20 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
21 のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、両  
22 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
23 める。また、本品のメタノール溶液(1→20000)につき、紫  
24 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
25 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき、  
26 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
27 認める。

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

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

34 融点(2.60) 91～94℃

35 純度試験

36 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gをジエチルエーテル50mLに  
37 溶かし、水50mLを加えて振り混ぜ、水層を分取してジエチ  
38 ルエーテル20mLずつで2回洗った後、水層をろ過する。ろ  
39 液20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを  
40 検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mL  
41 を加える(0.036%以下)。

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

45 (3) 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム20mLに溶かし、  
46 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム

47 を加えて正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、ク  
48 ロロホルムを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。こ  
49 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
50 験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマト  
51 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  
52 板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル混液  
53 (10:7)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾  
54 する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶  
55 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  
56 スポットより濃くない。

57 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 減圧, 60℃, 3時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

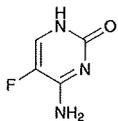
59 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
60 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
61 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

62 0.1mol/L過塩素酸1mL=30.28mg C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>ClFN<sub>2</sub>O

63 貯法 容器 気密容器。

## 1 フルシトシン

## 2 Flucytosine

4 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O : 129.09

5 5-Fluorocytosine

6 [2022-85-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フルシトシン  
8 (C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O)98.5%以上を含み、また、フッ素(F :  
9 19.00)14.0~15.5%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

11 本品は水にやや溶けにくく、メタノール、エタノール(95)、  
12 無水酢酸又は酢酸(100)に溶けにくく、ジエチルエーテルに  
13 ほとんど溶けない。

14 本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける。

15 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5~7.5である。

16 本品はやや吸湿性である。

17 融点 : 約295°C(分解)。

## 18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→500)5mLに臭素試液0.2mLを加える  
20 とき、試液の黄褐色は直ちに消える。更に水酸化バリウム試  
21 液2mLを加えるとき、紫色の沈殿を生じる。

22 (2) 本品0.1gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
23 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
24 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
25 呈する。

26 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→125000)につき、紫  
27 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、  
28 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
29 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  
30 認める。

## 31 純度試験

32 (1) 溶状 本品1.0gを水100mLに溶かすとき、液は無色  
33 澄明である。

34 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水80mLを加え、水浴上で  
35 加熱して溶かす。冷後、この液40mLをとり、希硝酸6mL及  
36 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
37 比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下)。

38 (3) フッ化物 本品0.10gをとり、薄めた0.01mol/L水酸  
39 化ナトリウム試液(1→20)10.0mLに溶かす。この液5.0mLを  
40 20mLのメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試  
41 液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(Ⅲ)  
42 試液混液(1 : 1 : 1)10mLを加え、更に水を加えて20mLとし  
43 た後、1時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液  
44 4.0mLを20mLのメスフラスコにとり、薄めた0.01mol/L水  
45 酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え、アリザリンコン  
46 プレキソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸  
47 セリウム(Ⅲ)試液混液(1 : 1 : 1)10mLを加え、以下試料溶液  
48 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、

49 薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを用い  
50 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  
51 (2.24)により試験を行うとき、波長600nmにおける試料溶  
52 液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない(0.048%以  
53 下)。

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

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

59 (6) 類縁物質 本品50mgを薄めたメタノール(1→2)5mL  
60 に溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、薄  
61 めたメタノール(1→2)を加えて正確に25mLとする。この液  
62 1mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に  
63 20mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロ  
64 マトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標  
65 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  
66 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  
67 酸エチル/メタノール/水混液(5 : 3 : 2)を展開溶媒として  
68 約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
69 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以  
70 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。

71 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

## 73 定量法

74 (1) フルシトシン 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量  
75 り、酢酸(100)40mLを加え、更に無水酢酸100mLを加えて  
76 溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。  
77 同様の方法で空試験を行い、補正する。

78 0.1mol/L過塩素酸1mL=12.91mg C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O

79 (2) フッ素 本品を乾燥し、その約10mgを精密に量り、  
80 0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.5mL及び水20mLの混液を  
81 吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)のフッ素の定量操  
82 作法により試験を行う。

## 83 貯法

84 保存条件 遮光して保存する。

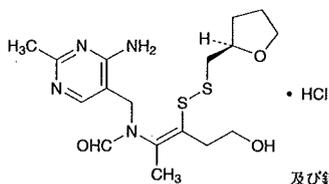
85 容器 気密容器。

1 フルスルチアミン塩酸塩

1 フルスルチアミン塩酸塩

2 Fursultiamine Hydrochloride

3 塩酸フルスルチアミン



5  $C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$  : 435.00

6 *N*-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-*N*-

7 {(1*Z*)-4-hydroxy-1-methyl-2-[(2*RS*)-tetrahydrofuran-

8 2-ylmethylsulfany]but-1-en-1-yl}formamide

9 monohydrochloride

10 [804-30-8, フルスルチアミン]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フルスルチ  
12 アミン塩酸塩( $C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
14 又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

15 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、  
16 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 確認試験

18 (1) 本品5mgを0.1mol/L塩酸試液6mLに溶かし、亜鉛粉  
19 末0.1gを加え、数分間放置した後、ろ過する。ろ液3mLに  
20 水酸化ナトリウム試液3mL及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウ  
21 ム試液0.5mLを加え、次に2-メチル-1-プロパノール  
22 5mLを加え、2分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線(主波  
23 長365nm)を照射するとき、2-メチル-1-プロパノール層  
24 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  
25 ルカリ性に戻すと再び現れる。

26 (2) 本品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で24時間乾  
27 燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠  
28 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  
29 クトル又はデシケーター(減圧、酸化リン(V))で24時間乾燥  
30 したフルスルチアミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較する  
31 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  
32 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  
33 は、本品を水に溶かした後、水を蒸発し、残留物をデシケー  
34 ター(減圧、酸化リン(V))で24時間乾燥したものにつき、同  
35 様の試験を行う。

36 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
37 呈する。

38 純度試験

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

41 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.5gをとり、試験を行う。比較  
42 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.011%以下)。

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

46 (4) 類縁物質 本品0.10gを移動相100mLに溶かし、試料

47 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
48 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
49 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフイ  
50 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
51 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフルスル  
52 チアミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフルスルチ  
53 アミンのピーク面積より大きくない。

54 操作条件

55 検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラム  
56 の選定は定量法の操作条件を準用する。

57 検出感度：標準溶液10μLから得たフルスルチアミンの  
58 ピーク高さが20~30mmになるように調整する。

59 面積測定範囲：フルスルチアミンの保持時間の約3倍の  
60 範囲

61 水分(2.48) 5.0%以下(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

62 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

63 定量法 本品及びフルスルチアミン塩酸塩標準品(別途本品と  
64 同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約55mgずつを精  
65 密に量り、それぞれを水50mLに溶かし、次に内標準溶液  
66 10mLずつを正確に加えた後、水を加えて100mLとする。こ  
67 の液8mLずつに水を加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶  
68 液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で  
69 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準  
70 物質のピーク面積に対するフルスルチアミンのピーク面積の  
71 比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

72 フルスルチアミン塩酸塩( $C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$ )の量(mg)  
73  $= M_S \times Q_T / Q_S$

74  $M_S$ ：脱水物に換算したフルスルチアミン塩酸塩標準品の  
75 秤取量(mg)

76 内標準溶液 4-アミノ安息香酸イソプロピルのエタノール(95)溶液(3→400)

78 操作条件

79 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

80 カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に  
81 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
82 ル化シリカゲルを充てんする。

83 カラム温度：50℃付近の一定温度

84 移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.01gを薄  
85 めた酢酸(100)(1→100)1000mLに溶かす。この液  
86 675mLにメタノール/アセトニトリル混液(3：  
87 2)325mLを加える。

88 流量：フルスルチアミンの保持時間が約9分になるよう  
89 に調整する。

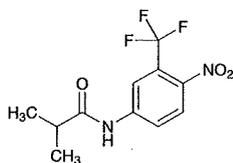
90 カラムの選定：標準溶液10μLにつき、上記の条件で操  
91 作するとき、フルスルチアミン、内標準物質の順に溶  
92 出し、その分離度が10以上のものを用いる。

93 貯法 容器 気密容器。

# 1 フルタミド

## 1 フルタミド

## 2 Flutamide



4 C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 276.21

5 2-Methyl-N-[4-nitro-

6 3-(trifluoromethyl)phenyl]propanamide

7 [13311-84-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルタミド  
9 (C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)98.5~101.5%を含む。

10 性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に  
12 ほとんど溶けない。

### 13 確認試験

14 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→50000)につき、紫外可  
15 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
16 品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルタミド標準  
17 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較すると  
18 き、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
19 収を認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
21 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
22 品の参照スペクトル又はフルタミド標準品のスペクトルを比  
23 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  
24 強度の吸収を認める。

25 融点(2.60) 109~113°C

### 26 純度試験

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

30 (2) 類縁物質 本品40mgをメタノール50mLに溶かし、  
31 試料溶液とする。試料溶液10μLにつき、次の条件で液体ク  
32 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の  
33 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  
34 によりそれらの量を求めるとき、フルタミド以外のピークの  
35 量は0.3%以下である。また、フルタミド以外のピークの合  
36 計量は0.5%以下である。

### 37 試験条件

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

40 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

41 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルタミドの保持  
42 時間の約2倍の範囲

### 43 システム適合性

44 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

45 検出の確認：試料溶液1mLを量り、メタノールを加え  
46 て100mLとし、システム適合性試験用溶液とする。

47 システム適合性試験用溶液2mLを正確に量り、メタ

48 ノールを加えて正確に20mLとする。この液10μLか  
49 ら得たフルタミドのピーク面積が、システム適合性試  
50 験用溶液のフルタミドのピーク面積の7~13%になる  
51 ことを確認する。

52 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10μLに  
53 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルタ  
54 ミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

55 (3) 残留溶媒 別に規定する。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
57 3時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金つぼ)。

59 定量法 本品及びフルタミド標準品を乾燥し、その約40mgず  
60 つを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に  
61 25mLとする。これらの液5mLずつを正確に量り、それぞれ  
62 に内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて  
63 50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標  
64 準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
65 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対す  
66 るフルタミドのピーク高さの比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

67 フルタミド(C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

68 M<sub>S</sub>：フルタミド標準品の秤取量(mg)

69 内標準溶液 テストステロンのメタノール溶液(9→  
70 10000)

### 71 試験条件

72 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

73 カラム：内径3.9mm, 長さ30cmのステンレス管に  
74 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
75 ル化シリカゲルを充てんする。

76 カラム温度：25°C付近の一定温度

77 移動相：メタノール/0.05mol/Lリン酸二水素カリウム  
78 試液混液(7：4)

79 流量：フルタミドの保持時間が約12分になるように調  
80 整する。

### 81 システム適合性

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

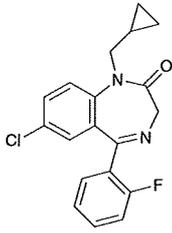
85 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さ  
87 に対するフルタミドのピーク高さの比の相対標準偏差  
88 は1.0%以下である。

89 貯法 容器 気密容器。

1 フルトプラゼパム

1 フルトプラゼパム

2 Flutoprazepam



3

4  $C_{19}H_{16}ClFN_2O$  : 342.79

5 7-Chloro-1-cyclopropylmethyl-5-(2-fluorophenyl)-

6 1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one

7 [25967-29-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルトプラゼパム

9 ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸エチルに溶けやすく、エタノール(99.5)又は無

12 水酢酸にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品2mgを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→  
15 1000)200mLに溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法  
16 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
17 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
18 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

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

25 融点(2.60) 118~122°C

26 純度試験

27 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り  
28 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液20mLをとり、  
29 希硝酸6mL及び水を加え50mLとする。これを検液とし、試  
30 験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える  
31 (0.036%以下)。

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

35 (3) 類縁物質 本品0.10gを酢酸エチル20mLに溶かし、  
36 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、酢酸エチルを  
37 加えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、酢酸  
38 エチルを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これら  
39 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
40 行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
41 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  
42 スポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン混液(3:2)を展開  
43 溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに  
44 紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主  
45 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

46 も濃くない。

47 (4) 残留溶媒 別に規定する。

48 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 105°C, 2時間)。

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸

51 70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位

52 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.28mg  $C_{19}H_{16}ClFN_2O$

54 貯法 容器 密閉容器。

# 1 フルトプラゼパム錠

## 1 フルトプラゼパム錠

### 2 Flutoprazepam Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 フルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O : 342.79)を含む。

5 製法 本品は「フルトプラゼパム」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フルトプラゼパ  
8 ム」10mgに対応する量を取り、硫酸のエタノール(99.5)溶  
9 液(3→1000)20mLを加え、よく振り混ぜた後、硫酸のエタ  
10 ノール(99.5)溶液(3→1000)を加えて100mLとする。この液  
11 を遠心分離し、上澄液10mLを取り、硫酸のエタノール  
12 (99.5)溶液(3→1000)を加えて100mLとする。この液につき、  
13 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
14 するとき、波長240~244nm, 279~285nm及び369~  
15 375nmに吸収の極大を示す。

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

18 本品1個をとり、移動相60mLを加えて15分間振り混ぜて  
19 崩壊させ、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、  
20 1mL中にフルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)約20µgを含む液  
21 となるように移動相を加えて正確にV mLとする。この液を  
22 孔径0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過し、初めの  
23 ろ液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量法  
24 を準用する。

25 フルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)の量(mg)

$$26 = M_S \times A_T / A_S \times V / 1000$$

27  $M_S$  : 定量用フルトプラゼパムの秤取量(mg)

28 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
29 毎分50回転で試験を行うとき、本品の90分間の溶出率は  
30 70%以上である。

31 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
32 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
33 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
34 正確に量り、表示量に従い1mL中にフルトプラゼパム  
35 (C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)約2.2µgを含む液となるように水を加えて正  
36 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用フルトプラ  
37 ゼパムを105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、  
38 メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを  
39 正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とす  
40 る。試料溶液及び標準溶液20µLずつを正確にとり、次の条  
41 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、そ  
42 れぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
43 定する。

44 フルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)の表示量に対する溶出率  
45 (%)

$$46 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

47  $M_S$  : 定量用フルトプラゼパムの秤取量(mg)

48 C : 1錠中のフルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)の表示量  
49 (mg)

50 試験条件

51 定量法の試験条件を準用する。

52 システム適合性

53 システムの性能：標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
54 操作するとき、フルトプラゼパムのピークの理論段数  
55 及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5  
56 以下である。

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

60 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
61 とする。フルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)約2mgに対応す  
62 る量を精密に量り、移動相60mLを加え、15分間振り混ぜた  
63 後、移動相を加えて正確に100mLとする。この液を孔径  
64 0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ  
65 液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用フル  
66 トプラゼパムを105°Cで2時間乾燥し、その約20mgを精密  
67 に量り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液  
68 2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mLとし、標準  
69 溶液とする。試料溶液及び標準溶液20µLずつを正確にとり、  
70 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
71 い、それぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積A<sub>T</sub>及び  
72 A<sub>S</sub>を測定する。

73 フルトプラゼパム(C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClFN<sub>2</sub>O)の量(mg)

$$74 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$$

75  $M_S$  : 定量用フルトプラゼパムの秤取量(mg)

76 試験条件

77 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

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

81 カラム温度：40°C付近の一定温度

82 移動相：メタノール/水混液(3 : 1)

83 流量：フルトプラゼパムの保持時間が約5分になるよう  
84 に調整する。

85 システム適合性

86 システムの性能：標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
87 操作するとき、フルトプラゼパムのピークの理論段数  
88 及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5  
89 以下である。

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

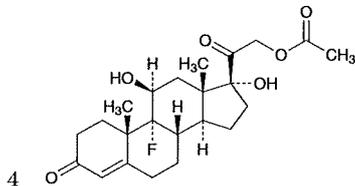
93 貯法 容器 密閉容器。

1 フルドロコルチゾン酢酸エステル

1 フルドロコルチゾン酢酸エステル

2 Fludrocortisone Acetate

3 酢酸フルドロコルチゾン



5 C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>FO<sub>6</sub> : 422.49

6 9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione

7 21-acetate

8 [514-36-3]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フルドロコルチゾン  
10 酢酸エステル(C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>FO<sub>6</sub>)97.5~102.5%を含む。

11 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はアセトンにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや  
13 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 融点：約220℃(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品10mgをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム液  
17 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
18 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
19 する。

20 (2) 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき、紫外  
21 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルドロコ  
23 ルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られた  
24 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  
25 ところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
27 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
28 本品の参照スペクトル又は乾燥したフルドロコルチゾン酢酸  
29 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  
30 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

31 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +131~+138°(乾燥後, 0.1g, アセ  
32 トン, 20mL, 100mm)。

33 純度試験

34 (1) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以  
36 下)。

37 (2) 類縁物質 本品20mgを移動相10mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
39 確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
40 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
41 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
42 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフルド  
43 コルチゾン酢酸エステル以外のピーク的面積は、標準溶液の  
44 フルドコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の1/4より  
45 大きくない。また、試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エ  
46 テル以外のピークの合計面積は、標準溶液のフルドロコルチ

47 ゼン酢酸エステルのピーク面積の1/2より大きくない。

48 試験条件

49 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

50 カラム：内径4.6mm, 長さ20cmのステンレス管に5μm  
51 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
52 リカゲルを充てんする。

53 カラム温度：25℃付近の一定温度

54 移動相：水/テトラヒドロフラン混液(13 : 7)

55 流量：フルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約  
56 10分になるように調整する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルドロコルチ  
58 ゼン酢酸エステルの保持時間の約2倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
61 えて正確に100mLとする。この液20μLから得たフル  
62 ドコルチゾン酢酸エステルのピーク面積が、標準溶  
63 液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の  
64 4.0~6.0%になることを確認する。

65 システムの性能：本品及び酢酸ヒドロコルチゾン2mgず  
66 つを移動相50mLに溶かす。この液20μLにつき、上  
67 記の条件で操作するとき、ヒドロコルチゾン酢酸エス  
68 テル、フルドロコルチゾン酢酸エステルの順に溶出し、  
69 その分離度は1.5以上である。

70 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、フルドロコルチゾン酢酸  
72 エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で  
73 ある。

74 (3) 残留溶媒 別に規定する。

75 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 100℃, 2時間)。

76 強熱残渣(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

77 定量法 本品及びフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾  
78 燥し、その約25mgずつを精密に量り、それぞれをエタノ  
79 ール(95)に溶かし、正確に100mLとする。これらの液4mLず  
80 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  
81 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
82 標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験  
83 を行い、波長238nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

84 フルドコルチゾン酢酸エステル(C<sub>23</sub>H<sub>31</sub>FO<sub>6</sub>)の量(mg)

85 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

86 M<sub>S</sub> : フルドコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量  
87 (mg)

88 貯法

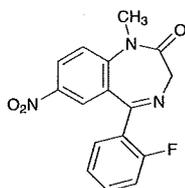
89 保存条件 遮光して保存する。

90 容器 密閉容器。

1 フルニトラゼパム

1 フルニトラゼパム

2 Flunitrazepam



3

4  $C_{16}H_{12}FN_3O_3$  : 313.28

5 5-(2-Fluorophenyl)-1-methyl-7-nitro-1,3-dihydro-

6 2H-1,4-benzodiazepin-2-one

7 [1622-62-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルニトラゼパム

9 ( $C_{16}H_{12}FN_3O_3$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、無水酢酸又はアセトンに  
12 やや溶けやすく、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに  
13 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 確認試験

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

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

24 融点(2.60) 168～172℃

25 純度試験

26 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り  
27 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液20mLをとり、  
28 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
29 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える  
30 (0.022%以下)。

31 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gを白金るつぼにとり、第4法  
32 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
33 える(10ppm以下)。

34 (3) 類縁物質 本品50mgをアセトン10mLに溶かし、試  
35 料溶液とする。この液2mLを正確に量り、アセトンを加え  
36 て正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトン  
37 を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
38 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
39 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
40 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ  
41 トする。次に1,2-ジクロロエタン/ジエチルエーテル/ア  
42 ンモニア水(28)混液(200 : 100 : 3)を展開溶媒として約12cm  
43 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
44 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外  
45 のスポットは、2個以下であり、標準溶液から得たスポット  
46 より濃くない。

47 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
50 (100)20mLに溶かし、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩  
51 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
52 を行い、補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.33mg  $C_{16}H_{12}FN_3O_3$

54 貯法

55 保存条件 遮光して保存する。

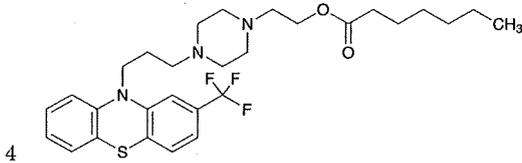
56 容器 気密容器。

1 フルフェナジンエナント酸エステル

1 フルフェナジンエナント酸エステル

2 Fluphenazine Enanthate

3 エナント酸フルフェナジン



5  $C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$  : 549.69

6 2-(4-{3-[2-(Trifluoromethyl)-10H-phenothiazin-10-

7 yl]propyl}piperazin-1-yl)ethyl heptanoate

8 [2746-81-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フルフェナジンエナ  
10 ント酸エステル( $C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は淡黄色～帯黄だいたい色の粘稠な液で、通例、澄  
12 明であるが、結晶を生じて不透明となることがある。

13 本品はメタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく、エ  
14 タノール(95)又は酢酸(100)にやや溶けやすく、水にほとん  
15 ど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
18 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
19 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
20 する。

21 (2) 本品2mgを塩酸のメタノール溶液(17→2000)200mL  
22 に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
23 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  
24 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  
25 ころに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の液  
27 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  
28 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと  
29 ころに同様の強度の吸収を認める。

30 純度試験

31 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
32 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
33 下)。

34 (2) 類縁物質 本品0.25gをメタノール10mLに溶かし、  
35 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
36 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
37 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
38 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
39 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  
40 トする。次にアセトン/ヘキサン/アンモニア水(28)混液  
41 (16:6:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
42 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
43 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  
44 得たスポットより濃くない。また、薄層板に薄めた硫酸(1→  
45 2)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  
46 のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

47 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 減圧, 60°C, 3時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
50 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
51 (指示薬:クリスタルバイオレット試液2滴)。同様の方法で  
52 空試験を行い、補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=27.49mg  $C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$

54 貯法

55 保存条件 遮光して保存する。

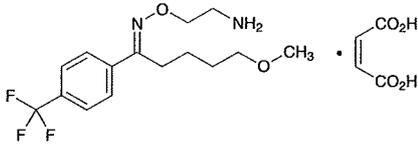
56 容器 気密容器。

1 フルボキサミンマレイン酸塩

1 フルボキサミンマレイン酸塩

2 Fluvoxamine Maleate

3 マレイン酸フルボキサミン



5 C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> : 434.41

6 5-Methoxy-1-[4-(trifluoromethyl)phenyl]pentan-1-one(E)-O-

7 (2-aminoethyl)oxime monomaleate

8 [61718-82-9]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、フルボキサ  
10 ミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)98.0~101.0%を  
11 含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品はエタノール(99.5)に溶けやすく、水にやや溶けにく  
14 い。

15 確認試験

16 (1) 本品10mgを水5mLに溶かし、希水酸化ナトリウム試  
17 液を加えて中和した後、ニンヒドリン試液1mLを加え、60  
18 ~70℃の水浴中で5分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

19 (2) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトル又はフルボキサミンマレイン酸  
22 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  
23 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  
24 度の吸収を認める。

25 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
26 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
27 品の参照スペクトル又はフルボキサミンマレイン酸塩標準品  
28 のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
29 のところに同様の強度の吸収を認める。

30 (4) 本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム  
31 試液1滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

32 融点(2.60) 120~124℃

33 純度試験

34 (1) 溶状 本品0.5gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
35 明である。

36 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
37 液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%以下)。

38 (3) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
39 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.017%以下)。

40 (4) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、アルミナ製セラミ  
41 ックつぼを用い、第2法により操作し、試験を行う。比較  
42 液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

43 (5) 類縁物質 本品20mgを液体クロマトグラフィー用メ  
44 タノール/水混液(7:3)20mLに溶かし、試料溶液とする。  
45 この液1mLを正確に量り、液体クロマトグラフィー用メ  
46 タノール/水混液(7:3)を加えて正確に100mLとし、標準溶  
47 液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、

48 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
49 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  
50 定するとき、試料溶液のフルボキサミンのピークに対する相  
51 対保持時間約0.76, 約0.82, 約0.89, 約1.58及び約1.66のピー  
52 ク面積は、標準溶液のフルボキサミンのピーク面積のそれ  
53 ぞれ1/5, 3/10, 7/10, 1/10及び1/10より大きくない。  
54 また、試料溶液のフルボキサミン以外のピークの合計面積は、  
55 標準溶液のフルボキサミンのピーク面積の1.5倍より大きく  
56 ない。ただし、フルボキサミンに対する相対保持時間約0.76,  
57 約0.89, 約1.58及び約1.66のピークの面積は、自動積分法で  
58 求めた面積にそれぞれ感度係数0.87, 2.00, 0.67及び2.76を  
59 乗じた値とする。

60 試験条件

61 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

62 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm  
63 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
64 ゲルを充てんする。

65 カラム温度: 25℃付近の一定温度

66 移動相: リン酸水素二アンモニウム12.67g及び1-ヘプ  
67 タンスルホン酸ナトリウム0.85gを水900mLに溶かし、  
68 リン酸を加えてpH2.0に調整した後、水を加えて  
69 1000mLとする。この液300mLに液体クロマトグラ  
70 フィー用メタノール700mLを加える。

71 流量: フルボキサミンの保持時間が約9分になるように  
72 調整する。

73 面積測定範囲: マレイン酸のピークの後からフルボキサ  
74 ミンの保持時間の約2倍の範囲

75 システム適合性

76 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、液体クロマ  
77 トグラフィー用メタノール/水混液(7:3)を加えて正  
78 確に20mLとする。この液10μLから得たフルボキサ  
79 ミンのピーク面積が、標準溶液のフルボキサミンのピー  
80 ク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

81 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
82 操作するとき、フルボキサミンのピークの理論段数及  
83 びシンメントリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0  
84 以下である。

85 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、フルボキサミンのピーク  
87 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

88 (6) 残留溶媒 別に規定する。

89 乾燥減量(2.41) 0.1%以下(1g, 減圧, 50℃, 4時間)。

90 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

91 定量法 本品及びフルボキサミンマレイン酸塩標準品(別途本  
92 品と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約20mg  
93 ずつを精密に量り、それぞれを移動相10mLに溶かし、内標  
94 準溶液5mLずつを正確に加えた後、移動相を加えて100mL  
95 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  
96 20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
97 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフルボキ  
98 サミンのピーク面積の比Q<sub>1</sub>及びQ<sub>2</sub>を求める。

99 フルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の量  
(mg)

## 2 フルボキサミンマレイン酸塩

- 101  $=M_s \times Q_T / Q_s$
- 102  $M_s$ : 乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準
- 103 品の秤取量(mg)
- 104 内標準溶液 ジフェニルアミンのメタノール溶液(7→
- 105 2000)
- 106 試験条件
- 107 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)
- 108 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m
- 109 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ
- 110 ゲルを充てんする.
- 111 カラム温度: 25°C付近の一定温度
- 112 移動相: リン酸水素二アンモニウム3.8g及び1-ヘプタ
- 113 ンスルホン酸ナトリウム0.8gを水に溶かし, 300mL
- 114 とし, メタノール700mLを加えた後, リン酸を加え
- 115 てpH3.5に調整する.
- 116 流量: フルボキサミンの保持時間が約9分になるように
- 117 調整する.
- 118 システム適合性
- 119 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で
- 120 操作するとき, フルボキサミン, 内標準物質の順に溶
- 121 出し, その分離度は8以上である.
- 122 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
- 123 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
- 124 に対するフルボキサミンのピーク面積の比の相対標準
- 125 偏差は1.0%以下である.
- 126 貯法 容器 密閉容器.

1 フルボキサミンマレイン酸塩錠

2 Fluvoxamine Maleate Tablets

3 マレイン酸フルボキサミン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 フルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>：  
6 434.41)を含む。

7 製法 本品は「フルボキサミンマレイン酸塩」をとり、錠剤の  
8 製法により製する。

9 確認試験

10 本品を粉末とし、表示量に従い「フルボキサミンマレイン  
11 酸塩」0.1gに対応する量を取り、水50mLを加えて振り混ぜ、  
12 放置した後、上澄液を孔径0.45μm以下のメンブランフィル  
13 ターでろ過する。ろ液0.5mLに水50mLを加えた液につき、  
14 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
15 するとき、波長243～247nmに吸収の極大を示す。

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

18 本品1個をとり、水4mLを加えて超音波処理により粒子を  
19 小さく分散させた後、液体クロマトグラフィー用メタノール  
20 /水混液(7：3)を加えて正確に50mLとし、ろ過する。フル  
21 ボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約6mgに  
22 対応する容量のろ液V mLを正確に量り、内標準溶液2mLを  
23 正確に加えた後、液体クロマトグラフィー用メタノール/水  
24 混液(7：3)を加えて50mLとし、試料溶液とする。以下定量  
25 法を準用する。

26 フルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の量  
27 (mg)

$$28 = M_S \times Q_T / Q_S \times 6 / V$$

29 M<sub>S</sub>：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準  
30 品の秤取量(mg)

31 内標準溶液 ジフェニルアミンの液体クロマトグラフィー  
32 用メタノール溶液(3→1000)

33 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
34 毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間の溶出率は  
35 80%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
38 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
39 正確に量り、表示量に従い1mL中にフルボキサミンマレ  
40 イン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約20μgを含む液となるよう  
41 に水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にフル  
42 ボキサミンマレイン酸塩標準品(別途「フルボキサミンマ  
43 レイン酸塩」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定してお  
44 く)約20mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとす  
45 る。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、  
46 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  
47 光度測定法(2.24)により試験を行い、波長245nmにおける  
48 吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

49 フルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表  
50 示量に対する溶出率(%)

$$51 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

52 M<sub>S</sub>：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準  
53 品の秤取量(mg)

54 C：1錠中のフルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・  
55 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

56 定量法 本品10個をとり、水20mLを加えて超音波処理により  
57 粒子を小さく分散させた後、液体クロマトグラフィー用メタ  
58 ノール/水混液(7：3)を加えて正確に250mLとし、ろ過す  
59 る。フルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)  
60 約6mgに対応する容量のろ液V mLを正確に量り、内標準溶  
61 液2mLを正確に加えた後、液体クロマトグラフィー用メタ  
62 ノール/水混液(7：3)を加えて50mLとし、試料溶液とする。  
63 別にフルボキサミンマレイン酸塩標準品(別途「フルボキサ  
64 ミンマレイン酸塩」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定  
65 しておく)約50mgを精密に量り、液体クロマトグラフィー用  
66 メタノール/水混液(7：3)に溶かし、正確に25mLとする。  
67 この液3mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた  
68 後、液体クロマトグラフィー用メタノール/水混液(7：3)を  
69 加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
70 20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
71 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフルボキ  
72 サミンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

73 本品1個中のフルボキサミンマレイン酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>・  
74 C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

$$75 = M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / V$$

76 M<sub>S</sub>：乾燥物に換算したフルボキサミンマレイン酸塩標準  
77 品の秤取量(mg)

78 内標準溶液 ジフェニルアミンの液体クロマトグラフィー  
79 用メタノール溶液(3→1000)

80 試験条件

81 「フルボキサミンマレイン酸塩」の定量法の試験条件を  
82 準用する。

83 システム適合性

84 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
85 操作するとき、フルボキサミン、内標準物質の順に溶  
86 出し、その分離度は8以上である。

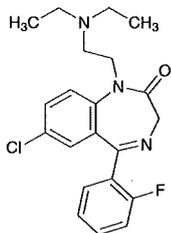
87 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
88 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
89 に対するフルボキサミンのピーク面積の比の相対標準  
90 偏差は1.0%以下である。

91 貯法 容器 気密容器。

1 フルラゼパム

1 フルラゼパム

2 Flurazepam



3

4  $C_{21}H_{23}ClFN_3O$  : 387.88

5 7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-

6 1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one

7 [17617-23-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フルラゼパム  
9 ( $C_{21}H_{23}ClFN_3O$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、エ  
12 タノール(95)、無水酢酸又はジエチルエーテルに溶けやすく、  
13 水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品0.01gを硫酸3mLに溶かし、この液に紫外線(主波  
16 長365nm)を照射するとき、帯緑黄色の蛍光を発する。

17 (2) 本品0.01gをクエン酸・酢酸試液3mLに溶かし、水浴  
18 中で4分間加熱するとき、液は暗赤色を呈する。

19 (3) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
20 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
21 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
22 呈する。

23 (4) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
24 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
25 のスペクトルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、両  
26 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
27 める。また、本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫  
28 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、  
29 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき、  
30 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  
31 認める。

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

34 融点(2.60) 79～83℃

35 純度試験

36 (1) 溶状 本品1.0gをエタノール(95)10mLに溶かすとき、  
37 液は無色～淡黄色澄明である。

38 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gをジエチルエーテル50mLに  
39 溶かし、水46mL及び炭酸ナトリウム試液4mLを加えて振り  
40 混ぜ、水層を分取し、ジエチルエーテル20mLずつで2回洗  
41 った後、水層をろ過する。ろ液20mLをとり、希硝酸を加え  
42 て中和した後、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
43 れを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
44 0.40mLを加える(0.036%以下)。

45 (3) 硫酸塩(1.14) (2)のろ液20mLをとり、希塩酸を加  
46 えて中和した後、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。  
47 これを検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
48 0.40mLを加える(0.048%以下)。

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

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

54 (6) 類縁物質 本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし、  
55 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
56 を加えて正確に20mLとする。この液3mLを正確に量り、ク  
57 ロロホルムを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。こ  
58 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
59 験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマト  
60 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  
61 板にスポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/アンモ  
62 ニア水(28)混液(60:40:1)を展開溶媒として約12cm展開し  
63 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照  
64 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、  
65 標準溶液から得たスポットより濃くない。

66 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 減圧, 60℃, 2時間)。

67 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

68 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、無水酢酸  
69 50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で第二当量点まで滴定  
70 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
71 正する。

72 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.39mg  $C_{21}H_{23}ClFN_3O$

73 貯法

74 保存条件 遮光して保存する。

75 容器 密閉容器。

## 1 フルラゼパムカプセル

### 1 フルラゼパムカプセル

#### 2 Flurazepam Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
4 フルラゼパム( $C_{21}H_{23}ClFN_3O$  : 387.88)を含む。

5 製法 本品は「フルラゼパム」をとり、カプセル剤の製法によ  
6 り製する。

#### 7 確認試験

8 (1) 本品の内容物を取り出し、粉末とする。表示量に従い  
9 「フルラゼパム」0.1gに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試  
10 液100mLを加えてかき混ぜた後、ろ過する。ろ液40mLをと  
11 り、水酸化ナトリウム溶液(1→250)80mL及びヘキサン  
12 100mLを加え、よく振り混ぜて抽出し、ヘキサン層をとり、  
13 試料溶液とする。試料溶液25mLをとり、水浴上で蒸発乾固  
14 する。残留物を硫酸3mLに溶かし、この液に紫外線を照射  
15 するとき、帯緑黄色の蛍光を発する。

16 (2) (1)の試料溶液25mLをとり、水浴上で蒸発乾固する。  
17 残留物にクエン酸・酢酸試液3mLを加えて溶かし、水浴中  
18 で4分間加熱するとき、液は暗赤色を呈する。

19 (3) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
20 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長315～  
21 319nmに吸収の極大を示し、297～301nmに吸収の極小を  
22 示す。

23 定量法 本品20個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物  
24 を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。  
25 フルラゼパム( $C_{21}H_{23}ClFN_3O$ )約50mgに対応する量を精密に  
26 量り、メタノール30mLを加え、10分間よくかき混ぜた後、  
27 メタノールを加えて正確に50mLとする。この液をろ過し、  
28 初めのろ液20mLを除き、次のろ液6mLを正確に量り、メタ  
29 ノールを加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に定  
30 量用フルラゼパムを60℃で2時間減圧乾燥し、その約50mg  
31 を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。  
32 この液6mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mL  
33 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外  
34 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長317nmに  
35 おける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

36 フルラゼパム( $C_{21}H_{23}ClFN_3O$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

37  $M_S$  : 定量用フルラゼパムの秤取量(mg)

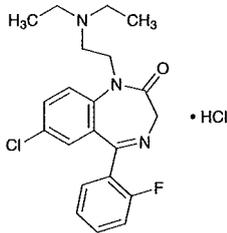
38 貯法 容器 気密容器。

1 フルラゼパム塩酸塩

1 フルラゼパム塩酸塩

2 Flurazepam Hydrochloride

3 塩酸フルラゼパム



4

5  $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$  : 424.34

6 7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-

7 1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one

8 monohydrochloride

9 [36105-20-1]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、フルラゼパム塩酸塩  
11 ( $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水、エタノール(95)、エタノール(99.5)又は酢酸  
14 (100)に溶けやすい。

15 融点：約197°C(分解)。

16 確認試験

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

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

26 (3) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
27 する。

28 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～  
29 6.0である。

30 純度試験

31 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色～  
32 微黄色澄明である。

33 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.5gをとり、試験を行う。比較  
34 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.01%以下)。

35 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gを白金るつぼにとり、第2法  
36 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
37 える(20ppm以下)。

38 (4) 類縁物質 本品0.05gをエタノール(95)5mLに溶かし、  
39 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
40 を加えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、エ  
41 タノール(95)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。

42 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
43 試験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマ  
44 トグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄

45 層板にスポットする。次に薄層板をアンモニア蒸気を満たし  
46 た容器に入れ、約15分間放置し、直ちにジエチルエーテル  
47 /ジエチルアミン混液(39:1)を展開溶媒として約12cm展開  
48 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を  
49 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  
50 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  
51 ポットより濃くない。

52 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

53 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
55 (100)10mLに溶かし、無水酢酸40mLを加え、0.1mol/L過塩  
56 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
57 を行い、補正する。

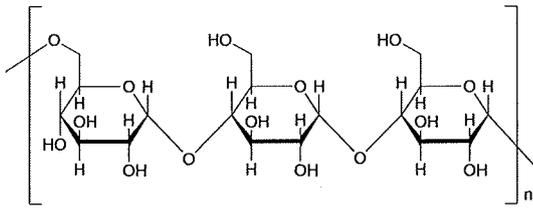
58 0.1mol/L過塩素酸1mL=21.22mg  $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$

59 貯法 容器 気密容器。

1 プルラン

1 プルラン

2 Pullulan



4  $(C_{18}H_{30}O_{15})_n$

5 Poly[6- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)- $\alpha$ -D-

6 glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ ]

7 [9057-02-7]

8 本品は *Aureobasidium pullulans* を培養するとき、菌体外  
9 に生産される中性単純多糖で、その構造は  $\alpha$ -1,4結合によ  
10 る3個のグルコースよりなるマルトトリオースが  $\alpha$ -1,6結  
11 合で繰り返し鎖状に結合したものである。

12 性状 本品は白色の粉末である。

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

15 確認試験

16 (1) 本品10gを水100mLにかき混ぜながら少量ずつ加えて  
17 溶かすとき、粘稠な溶液となる。

18 (2) (1)の粘稠な溶液10mLにプルラナーゼ試液0.1mLを加  
19 えて混和し、放置するとき、粘性がなくなる。

20 (3) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 50)10mLにマクロゴール600 2mL  
21 を加えるとき、直ちに白色の沈殿を生じる。

22 粘度 (2.53) 本品を乾燥し、その10.0gを正確に量り、水に溶  
23 かし、正確に100gとし、 $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で第1法により試験を行  
24 うとき、動粘度は $100 \sim 180 \text{mm}^2/\text{s}$ である。

25 pH (2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水10mLに溶  
26 かした液のpHは4.5~6.5である。

27 純度試験

28 (1) 重金属 (1.07) 本品4.0gをとり、第2法により操作し、  
29 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(5ppm以  
30 下)。

31 (2) 窒素 本品を乾燥し、その約3gを精密に量り、窒素  
32 定量法 (1.08) により試験を行うとき、窒素(N: 14.01)の量  
33 は、0.05%以下である。ただし、分解に用いる硫酸の量は  
34 12mLとし、加える水酸化ナトリウム溶液(2 $\rightarrow$ 5)の量は  
35 40mLとする。

36 (3) 単糖類及び少糖類 本品を乾燥し、その0.8gを水  
37 100mLに溶かし、試料原液とする。試料原液1mLに塩化カ  
38 リウム飽和溶液0.1mLを加えた後、メタノール3mLを加え  
39 て激しく振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶  
40 液とする。試料原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
41 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び水  
42 0.2mLずつを正確に量り、氷水中で冷却したアントロンの薄  
43 めた硫酸(3 $\rightarrow$ 4)溶液(1 $\rightarrow$ 500)5mLに静かに加えて直ちに混和  
44 し、 $90^\circ\text{C}$ で10分間加温した後、直ちに冷却する。これらの  
45 液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) に

46 より試験を行う。試料溶液、標準溶液及び水から得られたそ  
47 れぞれの液の波長620nmにおける吸光度 $A_T$ 、 $A_S$ 及び $A_B$ を測  
48 定するとき、単糖類及び少糖類の量は10.0%以下である。

49 単糖類及び少糖類の量(%)= $(A_T - A_B) / (A_S - A_B) \times 8.2$

50 乾燥減量 (2.41) 6.0%以下(1g, 減圧,  $90^\circ\text{C}$ , 6時間)。

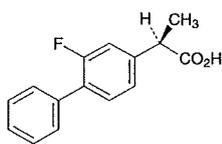
51 強熱残分 (2.44) 0.3%以下(2g)。

52 貯法 容器 密閉容器。

1 フルルビプロフェン

1 フルルビプロフェン

2 Flurbiprofen



及び鏡像異性体

4 C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>FO<sub>2</sub>: 244.26

5 (2*RS*)-2-(2-Fluorobiphenyl-4-yl)propanoic acid

6 [5104-49-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、フルルビプロフェン  
8 (C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>FO<sub>2</sub>)98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに刺激性のにおい  
10 がある。

11 本品はメタノール、エタノール(95)、アセトン又はジエチ  
12 ルエーテルに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けやすく、  
13 水にほとんど溶けない。

14 本品のエタノール(95)溶液(1→50)は旋光性を示さない。

15 確認試験

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

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

25 融点(2.60) 114~117°C

26 純度試験

27 (1) 塩化物(1.03) 本品0.6gをアセトン40mLに溶かし、  
28 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
29 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.25mLにアセトン  
30 40mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.015%以  
31 下)。

32 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをアセトン30mLに溶かし、  
33 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
34 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン30mL、希  
35 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(10ppm以下)。

36 (3) 類縁物質 本品20mgを水/アセトニトリル混液(11:  
37 9)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
38 り、水/アセトニトリル混液(11:9)を加えて正確に200mL  
39 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを  
40 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
41 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  
42 分法により測定するとき、試料溶液のフルルビプロフェン以  
43 外のピークの各々のピーク面積は、標準溶液のフルルビプロ  
44 フェンのピーク面積より大きくない。また、それらのピーク  
45 の合計面積は標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の  
46 2倍より大きくない。

47 試験条件

48 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

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

52 カラム温度: 30°C付近の一定温度

53 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(12:7:  
54 1)

55 流量: フルルビプロフェンの保持時間が約20分になる  
56 ように調整する。

57 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からフルルビプロフェ  
58 ンの保持時間の約2倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認: 標準溶液5mLを正確に量り、水/アセト  
61 ニトリル混液(11:9)を加えて正確に25mLとする。  
62 この液20μLから得たフルルビプロフェンのピーク面  
63 積が、標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の  
64 16~24%になることを確認する。

65 システムの性能: 本品0.04g及びパラオキシ安息香酸ブ  
66 チル0.02gを水/アセトニトリル混液(11:9)100mL  
67 に溶かす。この液5mLをとり、水/アセトニトリル  
68 混液(11:9)を加えて50mLとする。この液20μLにつ  
69 き、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸  
70 ブチル、フルルビプロフェンの順に溶出し、その分離  
71 度は12以上である。

72 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、フルルビプロフェンのピ  
74 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

75 乾燥減量(2.41) 0.10%以下(1g、減圧・0.67kPa以下、シリ  
76 カゲル、4時間)。

77 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g、白金ろつぼ)。

78 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、エタノール  
79 (95)50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
80 (2.50)する(指示薬: フェノールフタレイン試液3滴)。同様  
81 の方法で空試験を行い、補正する。

82 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=24.43mg C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>FO<sub>2</sub>

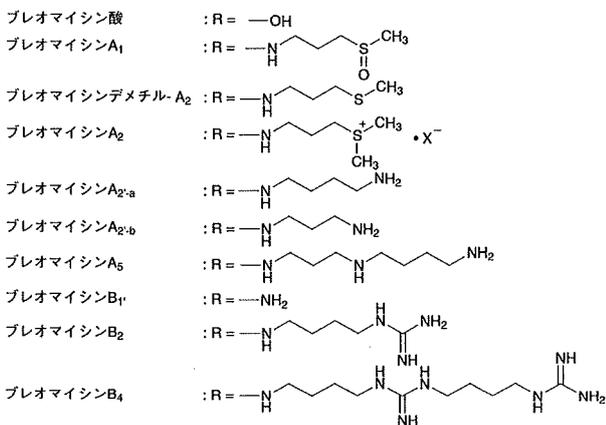
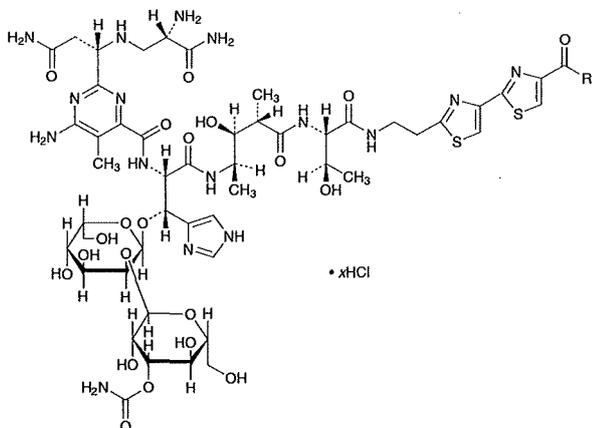
83 貯法 容器 密閉容器。

1 ブレオマイシン塩酸塩

1 ブレオマイシン塩酸塩

2 Bleomycin Hydrochloride

3 塩酸ブレオマイシン



4

5 ブレオマイシン酸

6 1-Bleomycinoic acid hydrochloride

7 ブレオマイシンA<sub>1</sub>

8 N<sup>1</sup>-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide

9 hydrochloride

10 ブレオマイシンデメチル-A<sub>2</sub>

11 N<sup>1</sup>-[3-(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide

12 hydrochloride

13 ブレオマイシンA<sub>2</sub>

14 N<sup>1</sup>-[3-(Dimethylsulfonio)propyl]bleomycinamide

15 hydrochloride

16 ブレオマイシンA<sub>2-a</sub>

17 N<sup>1</sup>-(4-Aminobutyl)bleomycinamide hydrochloride

18 ブレオマイシンA<sub>2-b</sub>

19 N<sup>1</sup>-(3-Aminopropyl)bleomycinamide hydrochloride

20 ブレオマイシンA<sub>5</sub>

21 N<sup>1</sup>-(3-[(4-Aminobutyl)amino]propyl)bleomycinamide

22 hydrochloride

23 ブレオマイシンB<sub>1</sub>

24 Bleomycinamide hydrochloride

25 ブレオマイシンB<sub>2</sub>

26 N<sup>1</sup>-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide hydrochloride

27 ブレオマイシンB<sub>4</sub>

28 N<sup>1</sup>-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-

29 bleomycinamide hydrochloride

30 [11056-06-7, ブレオマイシン]

31 本品は、*Streptomyces verticillus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の塩酸塩である。

32 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり1400～2000μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ブレオマイシンA<sub>2</sub>(C<sub>55</sub>H<sub>84</sub>ClN<sub>17</sub>O<sub>21</sub>S<sub>3</sub>: 1451.00)としての量を質量(力価)で示す。

33 性状 本品は白色～黄白色の粉末である。

34 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくい。

35 本品は吸湿性である。

36 確認試験

37 (1) 本品4mgをとり、硫酸銅(Ⅱ)試液5μL及び水を加えて溶かし、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。

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

39 (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。

40 pH (2.54) 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～6.0である。

41 成分含量比 本品10mgを水20mL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。面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ブレオマイシンA<sub>2</sub>(最初の主ピーク成分)は55～70%、ブレオマイシンB<sub>2</sub>(2番目の主ピーク成分)は25～32%、ブレオマイシンA<sub>2</sub>とブレオマイシンB<sub>2</sub>の和は85%以上、デメチルブレオマイシンA<sub>2</sub>(ブレオマイシンA<sub>2</sub>に対する相対保持時間が1.5～2.5)は5.5%以下、その他のピークの合計は9.5%以下である。

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

44 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。

45 カラム温度：40℃付近の一定温度

46 移動相原液：1-ペンタンルスルホン酸ナトリウム0.96g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1.86gを水1000mL及び酢酸(100)5mLに溶かし、アンモニア試液を加えてpH4.3に調整する。

47 移動相A：移動相原液/メタノール混液(9：1)

48 移動相B：移動相原液/メタノール混液(3：2)

49 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。

2 プレオマイシン塩酸塩

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 60	100 → 0	0 → 100
60 ~ 75	0	100

78 流量：毎分約1.2mL  
 79 面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルプレオマ  
 80 イシンA<sub>2</sub>溶出後20分の範囲  
 81 システム適合性  
 82 システムの性能：試料溶液20μLにつき、上記の条件で  
 83 操作するとき、プレオマイシンA<sub>2</sub>、プレオマイシン  
 84 B<sub>2</sub>の順に溶出し、その分離度は5以上である。  
 85 システムの再現性：試料溶液20μLにつき、上記の条件  
 86 で試験を6回繰り返すとき、プレオマイシンA<sub>2</sub>のピー  
 87 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

88 純度試験

89 (1) 溶状 本品80mgを水4mLに溶かすとき、液は無色澄  
 90 明である。  
 91 (2) 銅 本品75mgを正確に量り、薄めた硝酸(1→100)に  
 92 溶かして正確に10mLとし、試料溶液とする。別に銅標準液  
 93 15mLを正確に量り、薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に  
 94 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
 95 き、次の条件で原子吸光光度法(2.23)により試験を行うと  
 96 き、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない  
 97 (200ppm以下)。

98 使用ガス：  
 99 可燃性ガス アセチレン  
 100 支燃性ガス 空気  
 101 ランプ：銅中空陰極ランプ  
 102 波長：324.8nm

103 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(60mg, 減圧, 酸化リン(V),  
 104 60℃, 3時間。ただし、試料の採取は吸湿を避けて行う)。

105 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  
 106 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

107 (i) 試験菌 *Mycobacterium smegmatis* ATCC 607を用  
 108 いる。

109 (ii) 種層用カンテン培地, 基層用カンテン培地及び試験菌  
 110 移植用カンテン培地

グリセリン	10.0g
ペプトン	10.0g
肉エキス	10.0g
塩化ナトリウム	3.0g
カンテン	15.0g
水	1000mL

111 全成分を混和し、滅菌する。滅菌後のpHは6.9~7.1とす  
 112 る。pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する。

113 (iii) 試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0g
ペプトン	10.0g
肉エキス	10.0g
塩化ナトリウム	3.0g
水	1000mL

114 全成分を混和し、滅菌する。滅菌後のpHは6.9~7.1とす  
 115 る。pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する。

116 (iv) 種層カンテン培地の調製 試験菌を斜面とした試験菌  
 117 移植用カンテン培地に27℃で40~48時間培養する。この菌  
 118 を試験菌浮遊用液状培地100mLに移植し、25~27℃で5日  
 119 間振とう培養し、試験菌液とする。試験菌液は5℃以下に保  
 120 存し、14日以内に使用する。試験菌液0.5mLを、48℃に保  
 121 った種層用カンテン培地100mLに加え、十分に混合し、種  
 122 層カンテン培地とする。

123 (v) 円筒カンテン平板の調製 「1.7円筒カンテン平板の  
 124 調製」を準用する。ただし、ペトリ皿に加える基層用カンテ  
 125 ン培地の量は5.0mL, 種層カンテン培地の量は8.0mLとする。

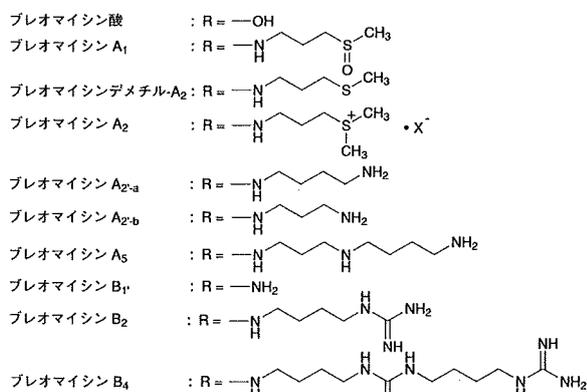
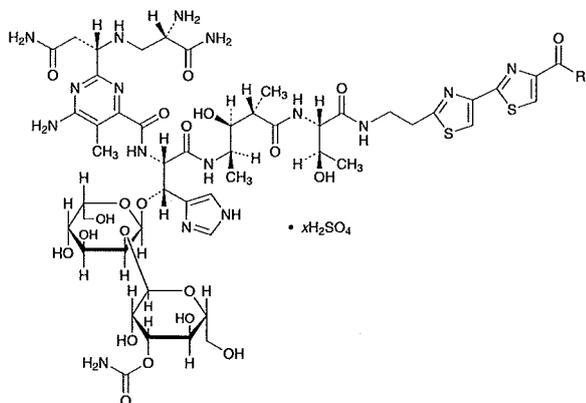
126 (vi) 標準溶液 プレオマイシンA<sub>2</sub>塩酸塩標準品適量を取り、  
 127 減圧下(0.67kPa以下)、常温で3時間乾燥し、その約15mg(力  
 128 価)に対応する量を精密に量り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩  
 129 緩衝液に溶かして正確に100mLとし、標準原液とする。標  
 130 準原液は5℃以下に保存し、30日以内に使用する。用時、標  
 131 準原液適量を正確に量り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液  
 132 を加えて1mL中に30μg(力価)及び15μg(力価)を含む液を調製  
 133 し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

134 (vii) 試料溶液 本品約15mg(力価)に対応する量を精密に量  
 135 り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に  
 136 100mLとする。この液適量を正確に量り、pH6.8の  
 137 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30μg(力価)及び  
 138 15μg(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試  
 139 料溶液とする。

140 貯法 容器 気密容器。

1 プレオマイシン硫酸塩

- 2 Bleomycin Sulfate
- 3 硫酸プレオマイシン



- 4
- 5 プレオマイシン酸
- 6 1-Bleomycinoic acid sulfate
- 7 プレオマイシンA<sub>1</sub>
- 8 N<sup>1</sup>-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide sulfate
- 9 プレオマイシンデメチル-A<sub>2</sub>
- 10 N<sup>1</sup>-[3-(Methylsulfonyl)propyl]bleomycinamide sulfate
- 11 プレオマイシンA<sub>2</sub>
- 12 N<sup>1</sup>-[3-(Dimethylsulfonium)propyl]bleomycinamide sulfate
- 13 プレオマイシンA<sub>2'-a</sub>
- 14 N<sup>1</sup>-(4-Aminobutyl)bleomycinamide sulfate
- 15 プレオマイシンA<sub>2'-b</sub>
- 16 N<sup>1</sup>-(3-Aminopropyl)bleomycinamide sulfate
- 17 プレオマイシンA<sub>5</sub>
- 18 N<sup>1</sup>-{3-[(4-Aminobutyl)amino]propyl} bleomycinamide sulfate
- 19
- 20 プレオマイシンB<sub>1'</sub>
- 21 Bleomycinamide sulfate
- 22 プレオマイシンB<sub>2</sub>
- 23 N<sup>1</sup>-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide sulfate
- 24 プレオマイシンB<sub>4</sub>
- 25 N<sup>1</sup>-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-bleomycinamide sulfate
- 26
- 27 [9041-93-4, プレオマイシン硫酸塩]

28 本品は、*Streptomyces verticillus*の培養によって得られ  
29 る抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の硫酸塩である。

30 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり1400～  
31 2000μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、プレオマイ  
32 シンA<sub>2</sub>(C<sub>55</sub>H<sub>84</sub>ClN<sub>17</sub>O<sub>21</sub>S<sub>3</sub> : 1451.00)としての量を質量(力価)  
33 で示す。

34 性状 本品は白色～黄白色の粉末である。

35 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)に極めて溶けにく  
36 い。

37 本品は吸湿性である。

38 確認試験

39 (1) 本品4mgをとり、硫酸銅(II)試液5μL及び水を加えて  
40 溶かし、100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測  
41 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
42 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
43 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

48 (3) 本品の水溶液(1→200)は硫酸塩の定性反応(1.09)の  
49 (1)及び(2)を呈する。

50 pH(2.54) 本品10mgを水20mLに溶かした液のpHは4.5～  
51 6.0である。

52 成分含量比 本品10mgを水20mLに溶かし、試料溶液とする。  
53 試料溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
54 (2.01)により試験を行い、各々のピーク面積を自動積分法  
55 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  
56 き、プレオマイシンA<sub>2</sub>(最初の主ピーク成分)は55～70%、プ  
57 レオマイシンB<sub>2</sub>(2番目の主ピーク成分)は25～32%、プレオ  
58 マイシンA<sub>2</sub>とプレオマイシンB<sub>2</sub>の和は85%以上、デメチル  
59 プレオマイシンA<sub>2</sub>(プレオマイシンA<sub>2</sub>に対する相対保持時間  
60 が1.5～2.5)は5.5%以下、その他のピークの量の合計は9.5%  
61 以下である。

62 試験条件

63 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)  
64 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に7μm  
65 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
66 リカゲルを充てんする。

67 カラム温度：40℃付近の一定温度

68 移動相原液：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム0.96g  
69 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水  
70 和物1.86gを水1000mL及び酢酸(100)5mLに溶かし、  
71 アンモニア試液を加えてpH4.3に調整する。

72 移動相A：移動相原液/メタノール混液(9：1)

73 移動相B：移動相原液/メタノール混液(3：2)

74 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
75 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	100→0	0→100
60～75	0	100

76 流量：毎分1.2mL

2 プレオマイシン硫酸塩

- 77 面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルプレオマ  
78 イシンA<sub>2</sub>溶出後20分の範囲  
79 システム適合性  
80 システムの性能：試料溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、プレオマイシンA<sub>2</sub>、プレオマイシン  
82 B<sub>2</sub>の順に溶出し、その分離度は5以上である。  
83 システムの再現性：試料溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
84 で試験を6回繰り返すとき、プレオマイシンA<sub>2</sub>のピー  
85 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。  
86 純度試験  
87 (1) 溶状 本品80mgを水4mLに溶かすとき、液は無色澄  
88 明である。  
89 (2) 銅 本品75mgを正確に量り、薄めた硝酸(1→  
90 100)10mLを加えて溶かし、試料溶液とする。別に銅標準液  
91 15mLを正確に量り、薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に  
92 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
93 き、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行うと  
94 き、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない  
95 (200ppm以下)。  
96 使用ガス：  
97 可燃性ガス アセチレン  
98 支燃性ガス 空気  
99 ランプ：銅中空陰極ランプ  
100 波長：324.8nm  
101 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(60mg、減圧、酸化リン(V)、  
102 60℃、3時間。ただし、試料の採取は吸湿を避けて行う)。  
103 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  
104 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。  
105 (i) 試験菌 *Mycobacterium smegmatis* ATCC 607を用  
106 いる。  
107 (ii) 種層用カンテン培地、基層用カンテン培地及び試験菌  
108 移植用カンテン培地
- |         |        |
|---------|--------|
| グリセリン   | 10.0g  |
| ペプトン    | 10.0g  |
| 肉エキス    | 10.0g  |
| 塩化ナトリウム | 3.0g   |
| カンテン    | 15.0g  |
| 水       | 1000mL |
- 109 全成分を混和し、滅菌する。滅菌後のpH(2.54)は6.9～  
110 7.1とする。pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する。  
111 (iii) 試験菌浮遊用液状培地
- |         |        |
|---------|--------|
| グリセリン   | 10.0g  |
| ペプトン    | 10.0g  |
| 肉エキス    | 10.0g  |
| 塩化ナトリウム | 3.0g   |
| 水       | 1000mL |
- 112 全成分を混和し、滅菌する。滅菌後のpH(2.54)は6.9～  
113 7.1とする。pHは水酸化ナトリウム試液を加えて調整する。  
114 (iv) 種層カンテン培地の調製 試験菌を斜面とした試験菌  
115 移植用カンテン培地に27℃で40～48時間培養する。この菌  
116 を試験菌浮遊用液状培地100mLに移植し、25～27℃で5日  
117 間振とう培養し、試験菌液とする。試験菌液は5℃以下に保  
118 存し、14日以内に使用する。試験菌液0.5mLを、48℃に保  
119 った種層用カンテン培地100mLに加え、十分に混合し、種  
120 層カンテン培地とする。  
121 (v) 円筒カンテン平板の調製 「1.7.円筒カンテン平板の  
122 調製」を準用する。ただし、ペトリ皿に加える基層用カンテ  
123 ン培地の量は5.0mL、また、種層カンテン培地の量は8.0mL  
124 とする。  
125 (vi) 標準溶液 プレオマイシンA<sub>2</sub>塩酸塩標準品適量を取り、  
126 減圧下(0.67kPa以下)、常温で3時間乾燥し、その約15mg(力  
127 価)に対応する量を精密に量り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩  
128 緩衝液に溶かして正確に100mLとし、標準原液とする。標  
129 準原液は5℃以下に保存し、30日以内に使用する。用時、標  
130 準原液適量を正確に量り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液  
131 を加えて1mL中に30 $\mu$ g(力価)及び15 $\mu$ g(力価)を含む液を調製  
132 し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。  
133 (vii) 試料溶液 本品約15mg(力価)に対応する量を精密に量  
134 り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に  
135 100mLとする。この液適量を正確に量り、pH6.8の  
136 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に30 $\mu$ g(力価)及び  
137 15 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試  
138 料溶液とする。  
139 貯法 容器 気密容器。

## 1 フレカイニド酢酸塩

2 Flecaimide Acetate

3 酢酸フレカイニド



4

5 C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub> : 474.396 *N*-[(2*RS*)-Piperidin-2-ylmethyl]-2,5-bis(2,2,2-trifluoroethoxy)

7 benzamide monoacetate

8 [54143-56-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、フレカイニド酢酸塩  
10 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)98.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおい又  
12 はわずかに酢酸ようのにおいがある。

13 本品はメタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶け  
14 やすく、水にやや溶けにくい。

15 本品のメタノール溶液(1→25)は旋光性を示さない。

16 融点：約150°C(分解)。

## 17 確認試験

18 (1) 本品20mgを水1mLに溶かし、アセトアルデヒド溶液  
19 (1→20)1mLを加えて振り混ぜる。この液にペンタシアノニ  
20 トロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物溶液(1→10)及び炭酸  
21 水素ナトリウム試液をそれぞれ1~2滴ずつ同時に加えると  
22 き、青色の沈殿を生じる。

23 (2) 本品のエタノール(95)溶液(13→100000)につき、紫外  
24 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
25 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
26 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
27 認める。

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

32 (4) 本品は酢酸塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

33 pH(2.54) 本品0.5gを水20mLに溶かした液のpHは6.7~  
34 7.1である。

## 35 純度試験

36 (1) 溶状 本品0.25gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
37 澄明である。

38 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gを磁製のろつぼにとり、弱  
39 く加熱して炭化する。冷後、硫酸2mLを加え、白煙が生じ  
40 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、  
41 試験を行う。比較液は硫酸2mL及び塩酸2mLを磁製のろつ  
42 ぼにとり、水浴上で蒸発させ、更に砂浴上で蒸発乾固し、残  
43 留物を塩酸3滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、  
44 鉛標準液2.0mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

45 (3) 2-アミノメチルピペリジン 本品0.25gを正確に量  
46 り、メタノール5mLを正確に加えて溶かし、試料溶液とす

47 る。別に2-アミノメチルピペリジン50mgを正確に量り、  
48 メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを  
49 正確に量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶  
50 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
51 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
52 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  
53 層板にスポットする。次にアセトン/アンモニア水(28)混液  
54 (20:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾  
55 する。これにニンヒドリンのメタノール溶液(1→500)を均等  
56 に噴霧した後、105°Cで2~5分間加熱するとき、標準溶液か  
57 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  
58 は、標準溶液のスポットより濃くない。

59 (4) 類縁物質 本品0.25gを水/アセトニトリル混液(71:  
60 29)25mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
61 量り、水/アセトニトリル混液(71:29)を加えて正確に  
62 50mLとする。この液1mLを正確に量り、水/アセトニトリ  
63 ル混液(71:29)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。  
64 試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で  
65 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
66 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、  
67 試料溶液のフレカイニド以外のピーク面積は、標準溶液の  
68 フレカイニドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液  
69 のフレカイニド以外のピークの合計面積は、標準溶液のフレ  
70 カイニドのピーク面積の2.5倍より大きくない。ただし、フ  
71 レカイニドに対する相対保持時間約1.5及び約2.9のピーク面  
72 積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.3及び1.7  
73 を乗じた値とする。

## 74 試験条件

75 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

76 カラム：内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
77 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
78 ゲルを充てんする。

79 カラム温度：40°C付近の一定温度

80 移動相：水/アセトニトリル/酢酸(100)/テトラブチ  
81 ルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液混液  
82 (142:58:2:1)にアンモニア水(28)を加えてpH5.8  
83 に調整する。

84 流量：フレカイニドの保持時間が約4分になるように調  
85 整する。

86 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフレカイニドの保  
87 持時間の約5倍の範囲

## 88 システム適合性

89 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、水/アセト  
90 ニトリル混液(71:29)を加えて正確に10mLとする。  
91 この液20μLから得たフレカイニドのピーク面積が、  
92 標準溶液のフレカイニドのピーク面積の7~13%にな  
93 ることを確認する。

94 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
95 操作するとき、フレカイニドのピークの理論段数及び  
96 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下  
97 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、フレカイニドのピーク面  
100 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

## 2 フレカイニド酢酸塩

- 101 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 60°C,  
102 2時間).
- 103 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g).
- 104 定量法 本品を乾燥し, その約0.6gを精密に量り, 酢酸  
105 (100)100mLに溶かし, 0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
106 (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.
- 107 0.1mol/L過塩素酸1mL=47.44mg  $C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$
- 108 貯法
- 109 保存条件 遮光して保存する.
- 110 容器 気密容器.

1 フレカイニド酢酸塩錠

1 フレカイニド酢酸塩錠

2 Flecainide Acetate Tablet

3 酢酸フレカイニド錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 フレカイニド酢酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>: 474.39)を含  
6 む。

7 製法 本品は「フレカイニド酢酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
8 り製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フレカイニド酢酸  
10 塩」0.2gに対応する量を取り、メタノール4mLを加えて20  
11 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
12 別にフレカイニド酢酸塩0.1gをメタノール2mLに溶かし、  
13 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  
14 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
15 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  
16 て調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/アンモニ  
17 ア水(28)混液(20:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
18 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
19 とき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たス  
20 ポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

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

23 本品1個をとり、乳酸溶液(1→500)4V/5 mLを加え、超  
24 音波処理して錠剤を完全に崩壊させる。時々振り混ぜながら  
25 30分間放置した後、1mL中にフレカイニド酢酸塩  
26 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約1mgを含む液となるように乳酸  
27 溶液(1→500)を加えて正確にV mLとし、ろ過する。初めの  
28 ろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、乳酸溶液(1  
29 →500)を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。以下定  
30 量法を準用する。

31 フレカイニド酢酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)  
32 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub> × V/25

33 M<sub>S</sub>: 定量用フレカイニド酢酸塩の秤取量(mg)

34 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
35 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
36 70%以上である。

37 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
38 20mL以上をとり、孔径0.5μm以下のメンブランフィルター  
39 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
40 確に量り、表示量に従い1mL中にフレカイニド酢酸塩  
41 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約56μgを含む液となるように水を  
42 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用フ  
43 レカイニド酢酸塩を60℃で2時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、  
44 その約28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとす  
45 る。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、  
46 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  
47 光度測定法 (2.24)により試験を行い、波長296nmにおける  
48 吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

49 フレカイニド酢酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対  
50 する溶出率(%)

51 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub> × V'/V × 1/C × 180

52 M<sub>S</sub>: 定量用フレカイニド酢酸塩の秤取量(mg)

53 C: 1錠中のフレカイニド酢酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)  
54 の表示量(mg)

55 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
56 とする。フレカイニド酢酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約  
57 0.1gに対応する量を精密に量り、乳酸溶液(1→500)80mLを  
58 加え、5分間超音波処理を行った後、乳酸溶液(1→500)を加  
59 えて正確に100mLとし、ろ過する。初めのろ液10mLを除き、  
60 次のろ液5mLを正確に量り、乳酸溶液(1→500)を加えて正  
61 確に50mLとし、試料溶液とする。別に定量用フレカイニド  
62 酢酸塩を60℃で2時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その約  
63 25mgを精密に量り、乳酸溶液(1→500)に溶かし、正確に  
64 50mLとする。この液10mLを正確に量り、乳酸溶液(1→  
65 500)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
66 及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により  
67 試験を行い、波長296nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
68 る。

69 フレカイニド酢酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)  
70 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub> × 4

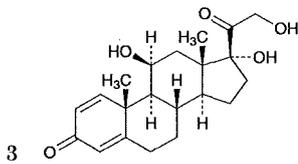
71 M<sub>S</sub>: 定量用フレカイニド酢酸塩の秤取量(mg)

72 貯法 容器 気密容器。

# 1 プレドニゾン

## 1 プレドニゾン

2 Prednisolone



4 C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>O<sub>5</sub> : 360.44

5 11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

6 [50-24-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プレドニゾン  
8 (C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>O<sub>5</sub>)97.0~102.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく、  
11 酢酸エチル又はクロロホルムに溶けにくく、水に極めて溶け  
12 にくい。

13 融点：約235°C(分解)。

### 14 確認試験

15 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、2~3分の後、液  
16 は濃赤色を呈し、蛍光を發しない。この液に注意して、水  
17 10mLを加えるとき、液は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じ  
18 る。

19 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
20 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
21 本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾン標準品の  
22 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
23 ところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペク  
24 トルに差を認めるときは、本品及びプレドニゾン標準品を  
25 それぞれ酢酸エチルに溶かした後、酢酸エチルを蒸発し、残  
26 留物につき、同様の試験を行う。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +113~+119°(乾燥後、0.2g, エタ  
28 ノール(95), 20mL, 100mm)。

### 29 純度試験

30 (1) セレン 本品0.10gに過塩素酸/硫酸混液(1 :  
31 1)0.5mL及び硝酸2mLを加え、水浴上で加熱する。褐色ガス  
32 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  
33 る。冷後、この液に硝酸4mLを加えた後、更に水を加えて  
34 正確に50mLとし、試料溶液とする。別にセレン標準液3mL  
35 を正確に量り、過塩素酸/硫酸混液(1 : 1)0.5mL及び硝酸  
36 6mLを加えた後、更に水を加えて正確に50mLとし、標準溶  
37 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  
38 光光度法(2.23)により試験を行い、記録計の指示が急速に  
39 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  
40  $A_T$ 及び $A_S$ とすると、 $A_T$ は $A_S$ より小さい(30ppm以下)。

41 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  
42 いて行う。

43 ランプ：セレン中空陰極ランプ

44 波長：196.0nm

45 原子化温度：電気加熱炉を用いる場合、約1000°Cとする。

46 キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

47 (2) 類縁物質 本品20mgにメタノール/クロロホルム混

48 液(1 : 1)2mLを正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に  
49 ヒドロコルチゾン20mg及び酢酸プレドニゾン10mgをとり、  
50 それぞれをメタノール/クロロホルム混液(1 : 1)に溶かし、  
51 正確に100mLとし、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。  
52 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
53 試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLづ  
54 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  
55 薄層板にスポットする。次にアセトン/トルエン/ジエチル  
56 アミン混液(55 : 45 : 2)を展開溶媒として約15cm展開した後、  
57 薄層板を風乾する(ただし、展開槽にろ紙を入れない)。これ  
58 にアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧すると  
59 き、標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たスポットに対応す  
60 る位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液(1)及び標  
61 準溶液(2)から得たスポットより濃くない。また、試料溶液  
62 には、主スポット、ヒドロコルチゾン及び酢酸プレドニゾ  
63 ン以外のスポットを認めない。

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

65 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

66 定量法 本品及びプレドニゾン標準品を乾燥し、その約  
67 25mgずつを精密に量り、それぞれをメタノール50mLに溶  
68 かし、内標準溶液25mLずつを正確に加え、メタノールを加  
69 えて100mLとする。この液1mLずつを量り、それぞれに移  
70 動相を加えて10mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試  
71 料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマト  
72 グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
73 面積に対するプレドニゾンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を  
74 求める。

75 プレドニゾン(C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

76  $M_S$  : プレドニゾン標準品の秤取量(mg)

77 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  
78 (1→2000)

### 79 試験条件

80 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：247nm)

81 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
82 の液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカ  
83 ゲルを充てんする。

84 カラム温度：40°C付近の一定温度

85 移動相：水/メタノール混液(13 : 7)

86 流量：プレドニゾンの保持時間が約15分になるよう  
87 に調整する。

### 88 システム適合性

89 システムの性能：本品25mg及びヒドロコルチゾン  
90 25mgをメタノール100mLに溶かす。この液1mLに移  
91 動相を加えて10mLとする。この液20μLにつき、上  
92 記の条件で操作するとき、ヒドロコルチゾン、プレド  
93 ニゾンの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。  
94 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
95 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
96 に対するプレドニゾンのピーク面積の比の相対標準  
97 偏差は1.0%以下である。

98 貯法 容器 気密容器。

# 1 プレドニゾン錠

## 1 プレドニゾン錠

### 2 Prednisolone Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ ; 360.44)を含む。

5 製法 本品は「プレドニゾン」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「プレドニゾン」  
9 0.05gに対応する量をとり、クロロホルム10mLを加えて15  
10 分間振り混ぜてろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留  
11 物を105°Cで1時間乾燥し、このものにつき、「プレドニ  
12 ゾン」の確認試験(1)を準用する。

13 (2) (1)の残留物及びプレドニゾン標準品を乾燥し、赤  
14 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  
15 り測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のと  
16 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  
17 ルに差を認めるときは、それぞれを酢酸エチルに溶かした後、  
18 酢酸エチルを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

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

21 本品1個をとり、水10mLを加えて崩壊するまで振り混ぜ  
22 る。次にメタノール50mLを加え、30分間振り混ぜた後、メ  
23 タノールを加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上澄  
24 液V mLを正確に量り、1mL中にプレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )  
25 約10 $\mu$ gを含む液となるようにメタノールを加え、正確にV'  
26 mLとし、試料溶液とする。別にプレドニゾン標準品を  
27 105°Cで3時間乾燥し、その約10mgを精密に量り、水10mL  
28 及びメタノール50mLを加えて溶かし、更にメタノールを加  
29 えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メタ  
30 ノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶  
31 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
32 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  
33 する。

34 プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の量(mg)

$$35 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 10$$

36  $M_S$ : プレドニゾン標準品の秤取量(mg)

37 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
38 毎分100回転で試験を行うとき、本品の20分間の溶出率は  
39 70%以上である。

40 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
41 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
42 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液  
43 とする。別にプレドニゾン標準品を105°Cで3時間乾燥し、  
44 その約10mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確  
45 に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正  
46 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
47 につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
48 り試験を行い、波長242nm付近の吸収極大の波長における  
49 吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

50 プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$51 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 45$$

52  $M_S$ : プレドニゾン標準品の秤取量(mg)

53  $C$ : 1錠中のプレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の表示量(mg)

54 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、め  
55 う製乳鉢を用いて粉末とする。プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )約  
56 5mgに対応する量を精密に量り、水1mLを加えて穏やかに  
57 振り混ぜる、更に内標準溶液5mLを正確に加え、メタノ  
58 ル15mLを加え、20分間激しく振り混ぜる。この液1mLに移  
59 動相を加えて10mLとし、孔径0.45 $\mu$ mのメンブランフィル  
60 ターでろ過する。初めのろ液3mLを除き、次のろ液を試料  
61 溶液とする。別にプレドニゾン標準品を105°Cで3時間乾  
62 燥し、その約25mgを精密に量り、メタノール50mLに溶か  
63 し、内標準溶液25mLを正確に加え、メタノールを加えて  
64 100mLとする。この液1mLに移動相を加えて10mLとし、  
65 標準溶液とする。以下「プレドニゾン」の定量法を準用す  
66 る。

67 プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の量(mg)

$$68 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

69  $M_S$ : プレドニゾン標準品の秤取量(mg)

70 内標準溶液 パラオキシン安息香酸メチルのメタノール溶液  
71 (1→2000)

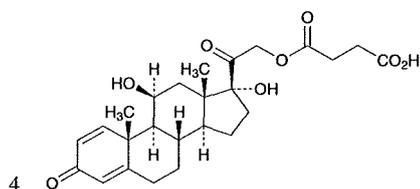
72 貯法 容器 気密容器。

1 プレドニゾンコハク酸エステル

1 プレドニゾンコハク酸エステル

2 Prednisolone Succinate

3 コハク酸プレドニゾン



5  $C_{25}H_{32}O_8$  : 460.52

6 11 $\beta$ ,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

7 21-(hydrogen succinate)

8 [2920-86-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プレドニゾンコハク酸エステル( $C_{25}H_{32}O_8$ )97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の微細な結晶性の粉末で、においはない。

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

14 融点：約205°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、2~3分の後、液は濃赤色を呈し、蛍光を發しない。この液に注意して水10mLを加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプレドニゾンコハク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長のところに同様の強度の吸収を認める。

25 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +114~+120°(乾燥後, 67mg, メタノール, 10mL, 100mm)。

27 純度試験 類縁物質 本品0.10gをメタノールに溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。別にプレドニゾン30mgをメタノールに溶かし、正確に10mL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5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)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/エタノール(95)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。

39 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C, 6時間)。

41 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

42 定量法 本品及びプレドニゾンコハク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、それぞれにメタノールを加えて正確に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

47 つき、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。

49 プレドニゾンコハク酸エステル( $C_{25}H_{32}O_8$ )の量(mg)

50 
$$= M_S \times A_T / A_S$$

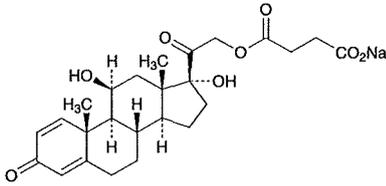
51  $M_S$  : プレドニゾンコハク酸エステル標準品の秤取量

52 (mg)

53 貯法 容器 気密容器。

1 注射用プレドニゾンコハク酸エステルナトリウム

1 注射用プレドニゾンコハク酸エステル  
2 ナトリウム  
3 Prednisolone Sodium Succinate for Injection  
4 注射用コハク酸プレドニゾンナトリウム



5  
6  $C_{25}H_{31}NaO_8$  : 482.50  
7 Monosodium 11 $\beta$ ,17,21-trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-  
8 dione 21-succinate  
9 [1715-33-9]

10 本品は用時溶解して用いる注射剤である。  
11 本品は定量するとき、プレドニゾンコハク酸エステルナ  
12 トリウム( $C_{25}H_{31}NaO_8$ )72.4~83.2%を含み、表示量の90.0~  
13 110.0%に対応するプレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$  : 360.44)を含  
14 む。

15 本品はプレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の量で表示する。  
16 製法 本品は「プレドニゾンコハク酸エステル」をとり、  
17 「乾燥炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加え、  
18 注射剤の製法により製する。

19 ただし、適当な緩衝剤を加える。  
20 性状 本品は白色の粉末又は多孔質の軽い塊である。  
21 本品は水に溶けやすい。  
22 本品は吸湿性である。

23 確認試験  
24 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、2~3分の後、液  
25 は濃赤色を呈し、蛍光を發しない。この液に注意して水  
26 10mLを加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈  
27 殿を生じる。

28 (2) 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし、フェーリング  
29 試液1mLを加えて加熱するとき、だいたい色~赤色の沈殿  
30 を生じる。

31 (3) 本品0.1gを水酸化ナトリウム試液2mLに溶かし、10  
32 分間放置する。析出した沈殿をろ過し、ろ液に希塩酸1mL  
33 を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、薄めたアンモニア試  
34 液(1→10)を加えてpH約6に調整し、塩化鉄(III)試液2~3滴  
35 を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

36 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。  
37 pH (2.54) 本品1.0gを水40mLに溶かした液のpHは6.5~  
38 7.2である。

39 純度試験 溶状 本品0.25gを水10mLに溶かすとき、液は無  
40 色澄明である。

41 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(0.15g, 減圧, 酸化リン(V),  
42 60°C, 3時間)。

43 エンドトキシン (4.01) プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )1mg対応  
44 量当たり2.4EU未満。

45 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

46 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

47 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。  
48 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、  
49 適合する。

50 定量法 本品につき、プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )約0.1gに対応  
51 する個数を取り、それぞれの内容物を薄めたメタノール(1→  
52 2)に溶かし、100mLのメスフラスコに移す。各々の容器は、  
53 薄めたメタノール(1→2)で洗い、洗液は先の液に合わせ、薄  
54 めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとする。この  
55 液4mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確  
56 に50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mL  
57 を正確に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。別にプレドニゾ  
58 ロンコハク酸エステル標準品をデシケーター(減圧, 酸化リン(V),  
59 60°C)で6時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、メ  
60 タノールに溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確  
61 に量り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50mLとす  
62 る。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加  
63 えて振り混ぜ、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
64 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
65 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプレドニ  
66 ゾンコハク酸エステルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め  
67 る。

68 プレドニゾンコハク酸エステルナトリウム( $C_{25}H_{31}NaO_8$ )  
69 の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.048$$

70 プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 0.783$$

71  $M_S$  : プレドニゾンコハク酸エステル標準品の秤取量  
72 (mg)

73 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  
74 ール(1→2)溶液(1→25000)

75 試験条件

76 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

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

80 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

81 移動相 : 臭化テトラ $n$ -ブチルアンモニウム0.32g, リ  
82 ン酸水素二ナトリウム十二水和物3.22g及びリン酸二  
83 水素カリウム6.94gを水1000mLに溶かす。この液  
84 840mLにメタノール1160mLを加える。

85 流量 : プレドニゾンコハク酸エステルの保持時間が約  
86 15分になるように調整する。

87 システム適合性

88 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
89 操作するとき、プレドニゾンコハク酸エステル、内  
90 標準物質の順に溶出し、その分離度は6以上である。

91 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
92 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
93 に対するプレドニゾンコハク酸エステルのピーク面積  
94 の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

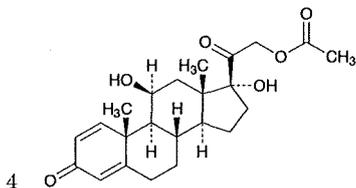
95 貯法 容器 密封容器。

1 プレドニゾン酢酸エステル

1 プレドニゾン酢酸エステル

2 Prednisolone Acetate

3 酢酸プレドニゾン



5  $C_{23}H_{30}O_6$  : 402.48

6 11 $\beta$ ,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

7 21-acetate

8 [52-21-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プレドニゾン酢酸  
10 エステル( $C_{23}H_{30}O_6$ )96.0~102.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品はメタノール、エタノール(95)、エタノール(99.5)又  
13 はクロロホルムに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 融点：約235°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、2~3分の後、液  
17 は濃赤色を呈し、蛍光を發しない。この液に注意して水  
18 10mLを加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈  
19 殿を生じる。

20 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
21 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
22 本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾン酢酸エス  
23 テル標準品のスペクトルを4000~650 $cm^{-1}$ の範囲で比較する  
24 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  
25 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  
26 は、本品及びプレドニゾン酢酸エステル標準品をそれぞれ  
27 エタノール(99.5)に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留  
28 物につき、同様の試験を行う。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +128~+137°(乾燥後、70mg, メ  
30 タノール, 20mL, 100mm)。

31 純度試験 類縁物質 本品0.20gにクロロホルム/メタノール  
32 混液(9 : 1)10mLを正確に加えて溶かし、試料溶液とする。  
33 別にプレドニゾン、酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチ  
34 ゾン20mgずつをとり、クロロホルム/メタノール混液(9 :  
35 1)10mLを正確に加えて溶かす。この液1mLを正確に量り、  
36 クロロホルム/メタノール混液(9 : 1)を加えて正確に10mL  
37 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
38 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
39 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
40 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  
41 メタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液(385 :  
42 75 : 40 : 6)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を  
43 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、標  
44 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  
45 スポットは、標準溶液のスポットより濃くない。また、試料  
46 溶液には、主スポット、プレドニゾン、酢酸コルチゾン及

47 び酢酸ヒドロコルチゾン以外のスポットを認めない。

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

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

50 定量法 本品及びプレドニゾン酢酸エステル標準品を乾燥し、  
51 その約10mgずつを精密に量り、それぞれをメタノール  
52 60mLに溶かし、次に内標準溶液2mLずつを正確に加えた後、  
53 メタノールを加えて100mLとし、試料溶液及び標準溶液と  
54 する。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体  
55 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
56 のピーク高さに対するプレドニゾン酢酸エステルのピーク  
57 高さの比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

58 プレドニゾン酢酸エステル( $C_{23}H_{30}O_6$ )の量(mg)

$$59 = M_S \times Q_T / Q_S$$

60  $M_S$  : プレドニゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

61 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
62 (3→1000)

63 試験条件

64 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

65 カラム : 内径4.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
66 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
67 リカゲルを充てんする。

68 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

69 移動相 : 水/アセトニトリル混液(3 : 2)

70 流量 : プレドニゾン酢酸エステルの保持時間が約10  
71 分になるように調整する。

72 システム適合性

73 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
74 操作するとき、プレドニゾン酢酸エステル、内標準  
75 物質の順に溶出し、その分離度は10以上である。

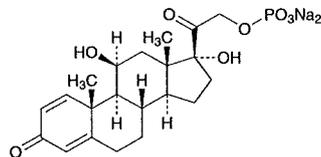
76 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
77 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さ  
78 に対するプレドニゾン酢酸エステルのピーク高さの  
79 比の相対標準偏差は1.0%以下である。

80 貯法 容器 気密容器。

1 プレドニゾンリン酸エステルナトリウム

1 プレドニゾンリン酸エステルナトリウム

2 ム  
3 Prednisolone Sodium Phosphate  
4 リン酸プレドニゾンナトリウム



6 C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P : 484.39  
7 Disodium 11β,17,21-trihydroxypregna-1,4-diene-  
8 3,20-dione 21-phosphate  
9 [125-02-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プレドニ  
11 ロンリン酸エステルナトリウム (C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P)97.0 ~  
12 103.0%を含む。

13 性状 本品は白色~微黄色の粉末である。  
14 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エ  
15 タノール(99.5)にほとんど溶けない。  
16 本品は吸湿性である。

17 確認試験

18 (1) 本品1.0gを少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化す  
19 る。冷後、残留物を希硝酸10mLに溶かし、水浴中で30分間  
20 加熱する。冷後、必要ならばろ過する。この液はリン酸塩の  
21 定性反応 (1.09) を呈する。

22 (2) 本品2mgを硫酸2mLに溶かし、2分間放置するとき、  
23 液は暗赤色を呈し、蛍光を發しない。

24 (3) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測  
25 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
26 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
27 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

32 (5) (1)で得た液はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈す  
33 る。

34 旋光度 (2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +96~+103° (脱水物に換算したも  
35 の1g, pH7.0のリン酸塩緩衝液, 100mL, 100mm)。

36 pH (2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.5~  
37 9.0である。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
40 液の色は次の比較液より濃くない。

41 比較液: 塩化コバルト(II)の色と比較原液3.0mL, 塩化鉄  
42 (III)の色と比較原液3.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
43 液2.4mLの混液に薄めた塩酸(1→40)を加えて10mLとし  
44 た液2.5mLをとり、薄めた塩酸(1→40)を加えて100mL  
45 とする。

46 (2) 重金属 (1.07) 本品0.5gをとり、第3法により操作し、  
47 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(40ppm以

下)。  
49 (3) 遊離リン酸 本品約0.25gを精密に量り、水に溶かし、  
50 正確に100mLとし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸  
51 標準液5mLずつを正確に量り、それぞれに七モリブデン酸  
52 六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1-アミノ-2-ナフ  
53 トール-4-スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜ、水を加  
54 えて正確に25mLとし、20±1°Cで30分間放置する。これら  
55 の液につき、水5mLを用いて同様に操作して得た液を対照  
56 とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。試  
57 料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長  
58 740nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定するとき、遊離リン  
59 酸の量は1.0%以下である。

60 遊離リン酸(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)の量(%)=1/M × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub> × 258.0

61 M: 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

62 (4) 類縁物質 本品10mgを移動相100mLに溶かし、試料  
63 溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正  
64 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
65 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
66 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
67 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプレドニ  
68 ゾロンリン酸エステル以外のピーク面積は、標準溶液のプ  
69 レドニゾンリン酸エステルのピーク面積の1.5倍より大き  
70 くない。また、試料溶液のプレドニゾンリン酸エステル以  
71 外のピークの合計面積は、標準溶液のプレドニゾンリン酸  
72 エステルのピーク面積の2.5倍より大きくない。

73 試験条件

74 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 245nm)  
75 カラム: 内径4.6mm, 長さ10cmのステンレス管に3μm  
76 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
77 リカゲルを充てんする。

78 カラム温度: 40°C付近の一定温度

79 移動相: リン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かし  
80 1000mLとし、リン酸を加えてpH2.5に調整した液  
81 1000mLにアセトニトリル250mLを加える。

82 流量: プレドニゾンリン酸エステルの保持時間が約7  
83 分になるように調整する。

84 面積測定範囲: プレドニゾンリン酸エステルの保持時  
85 間の約4倍の範囲

86 システム適合性

87 検出の確認: 標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
88 えて正確に50mLとする。この液20μLから得たプレ  
89 ドニゾンリン酸エステルのピーク面積が、標準溶液  
90 のプレドニゾンリン酸エステルのピーク面積の7~  
91 13%になることを確認する。

92 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、プレドニゾンリン酸エステルのピー  
94 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ  
95 3000段以上、2.0以下である。

96 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、プレドニゾンリン酸エ  
98 ステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ  
99 る。

## 2 プレドニゾンリン酸エステルナトリウム

100 (5) 残留溶媒 別に規定する。

101 水分 (2.48) 8.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

102 定量法 本品約0.1gを精密に量り, 水に溶かし, 正確に  
103 100mLとする。この液2mLを正確にとり, アルカリ性ホス  
104 ファターゼ試液1mLを加え, 時々穏やかに振り混ぜながら2  
105 時間放置する。この液に1-オクタノール20mLを正確に加  
106 え, 激しく振り混ぜる。その後, 遠心分離し, 1-オクタノ  
107 ール層10mLを正確にとり, 1-オクタノールを加えて正確  
108 に50mLとし, 試料溶液とする。別にプレドニゾン標準品  
109 を105°Cで3時間乾燥し, その約25mgを精密に量り, 1-オ  
110 クタノールに溶かし, 正確に100mLとする。この液6mLを  
111 正確にとり, 水2mLにアルカリ性ホスファターゼ試液1mL  
112 を加え時々穏やかに振り混ぜながら2時間放置した液を加え,  
113 更に1-オクタノール14mLを正確に加え, 激しく振り混ぜ  
114 る。以下試料溶液の調製と同様に操作し, 標準溶液とする。  
115 試料溶液及び標準溶液につき, 1-オクタノールを対照とし,  
116 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い, 波長  
117 245nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

118 プレドニゾンリン酸エステルナトリウム( $C_{21}H_{27}Na_2O_8P$ )  
119 の量(mg)

$$120 = M_S \times A_T / A_S \times 3 \times 1.344$$

121  $M_S$ : プレドニゾン標準品の秤取量(mg)

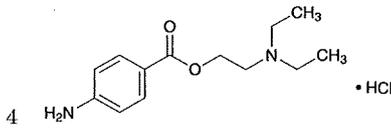
122 貯法 容器 気密容器。

1 プロカイン塩酸塩

1 プロカイン塩酸塩

2 Procaine Hydrochloride

3 塩酸プロカイン



5  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$  : 272.77

6 2-(Diethylamino)ethyl 4-aminobenzoate monohydrochloride

7 [51-05-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、プロカイン塩酸塩  
9 ( $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にやや溶け  
12 やすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

13 確認試験

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

18 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
19 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  
20 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
21 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (3) 本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
23 する。

24 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～  
25 6.0である。

26 融点(2.60) 155～158°C

27 純度試験

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

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

33 (3) 類縁物質 本品1.0gをとり、エタノール(95)5mLを加  
34 えてよく振り混ぜて溶かし、更に水を加えて正確に10mLと  
35 し、試料溶液とする。別に4-アミノ安息香酸10mgをとり、  
36 エタノール(95)に溶かし、正確に20mLとする。この液1mL  
37 を正確に量り、エタノール(95)4mL及び水を加えて正確に  
38 10mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロ  
39 マトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標  
40 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  
41 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  
42 ブチルエーテル/ヘキサン/酢酸(100)混液(20 : 4 : 1)を展  
43 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾し、更に  
44 105°Cで10分間加熱する。これに紫外線(主波長254nm)を照  
45 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、  
46 標準溶液から得たスポットより濃くない。ただし、試料溶液  
47 の主スポットは原点に留まる。

48 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, シリカゲル, 4時間)。

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、塩酸5mL  
51 及び水60mLを加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液(3→  
52 10)10mLを加え、15°C以下に冷却した後、0.1mol/L亜硝酸  
53 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  
54 (2.50)する。

55 0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL=27.28mg  $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot$   
56 HCl

57 貯法 容器 密閉容器。

# 1 プロカイン塩酸塩注射液

## 1 プロカイン塩酸塩注射液

2 Procaine Hydrochloride Injection

3 塩酸プロカイン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
6 プロカイン塩酸塩( $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ : 272.77)を含む。

7 製法 本品は「プロカイン塩酸塩」をとり、注射剤の製法によ  
8 り製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

### 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「プロカイン塩酸塩」0.01gに対  
12 応する容量をとり、水を加えて1000mLとした液につき、紫  
13 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  
14 るとき、波長219～223nm及び289～293nmに吸収の極大を  
15 示す。

16 (2) 本品は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

17 pH(2.54) 3.3～6.0

18 エンドトキシン(4.01) 0.02EU/mg未満。ただし、脊髄腔内  
19 に投与する製品に適用する。

20 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

25 定量法 本品のプロカイン塩酸塩( $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )約20mg  
26 に対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に20mL  
27 とする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確  
28 に加えた後、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。  
29 別に定量用塩酸プロカインをデシケーター(シリカゲル)で4  
30 時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、移動相に溶かし、  
31 正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液  
32 5mLを正確に加えた後、移動相を加えて20mLとし、標準溶  
33 液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液  
34 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物  
35 質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比 $Q_T$ 及  
36 び $Q_S$ を求める。

37 プロカイン塩酸塩( $C_{13}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )の量(mg)  
38  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$

39  $M_S$ : 定量用塩酸プロカインの秤取量(mg)

40 内標準溶液 カフェインの移動相溶液(1→1000)

41 試験条件

42 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

43 カラム: 内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
44 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
45 カゲルを充てんする。

46 カラム温度: 40℃付近の一定温度

47 移動相: 0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸  
48 を加えてpH3.0に調整する。1-ペンタンスルホン酸  
49 ナトリウムが0.1%になるようにこの液を加えた溶液  
50 800mLにメタノール200mLを加える。

51 流量: プロカインの保持時間が約10分になるように調

52 整する。

53 システム適合性

54 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
55 作するとき、プロカイン、内標準物質の順に溶出し、  
56 その分離度は8以上である。

57 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
58 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
59 対するプロカインのピーク面積の比の相対標準偏差は  
60 1.0%以下である。

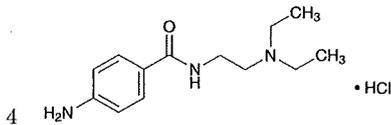
61 貯法 容器 密封容器。

1 プロカインアミド塩酸塩

1 プロカインアミド塩酸塩

2 Procainamide Hydrochloride

3 塩酸プロカインアミド



5  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$  : 271.79

6 4-Amino-N-(2-diethylaminoethyl)benzamide

7 monohydrochloride

8 [614-39-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プロカインアミド塩  
10 酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )98.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色~淡黄色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶  
13 けやすい。

14 本品は吸湿性である。

15 確認試験

16 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
17 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  
18 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
19 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

20 (2) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
21 する。

22 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0~  
23 6.5である。

24 融点(2.60) 165~169°C

25 純度試験

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

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

31 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
32 製し、試験を行う(2ppm以下)。

33 (4) 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし、試料  
34 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
35 確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加え  
36 て正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
37 液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
38 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピー  
39 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプロカ  
40 インアミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロカ  
41 インアミドのピーク面積より大きくない。

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光光度計(測定波長270nm)

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

47 カラム温度：40°C付近の一定温度

48 移動相：pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノー

49 ル混液(9 : 1)

50 流量：プロカインアミドの保持時間が約9分になるよう  
51 に調整する。

52 面積測定範囲：プロカインアミドの保持時間の約2倍の  
53 範囲

54 システム適合性

55 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
56 えて正確に20mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たプロ  
57 カインアミドのピーク面積が、標準溶液のプロカイン  
58 アミドのピーク面積の40~60%になることを確認す  
59 る。

60 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、プロカインアミドのピークの理論段数  
62 及びシンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、  
63 1.5以下である。

64 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、プロカインアミドのピー  
66 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

67 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(2g, 105°C, 4時間)。

68 強熱残量(2.44) 0.1%以下(2g)。

69 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
70 酢酸(100)混液(7 : 3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
71 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
72 補正する。

73 0.1mol/L過塩素酸1mL=27.18mg  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$

74 貯法 容器 気密容器。

# 1 プロカインアミド塩酸塩錠

## 1 プロカインアミド塩酸塩錠

2 Procainamide Hydrochloride Tablets

3 塩酸プロカインアミド錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 プロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ; 271.79)を含む。  
6 製法 本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり、錠剤の製法  
7 により製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロカインアミド  
9 塩酸塩」1.5gに対応する量を取り、水30mLを加えてよく振  
10 り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液  
11 0.2mLに希塩酸1mL及び水4mLを加えた液は芳香族第一ア  
12 ミンの定性反応(1.09)を呈する。

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

15 本品1個をとり、pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液3V/  
16 5mLを加え、超音波処理により完全に崩壊させた後、1mL  
17 中にプロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )約2.5mgを  
18 含む液となるようにpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加  
19 えて正確にV mLとし、5分間かき混ぜる。この液を遠心分  
20 離した後、上澄液1mLを正確に量り、pH3.0の0.02mol/Lリ  
21 ン酸塩緩衝液を加えて正確に250mLとし、試料溶液とする。  
22 以下定量法を準用する。

23 プロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )の量(mg)

$$24 = M_S \times A_T / A_S \times V / 20$$

25  $M_S$ : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量(mg)

26 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
27 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
28 80%以上である。

29 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
30 30mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
31 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
32 確に量り、表示量に従い1mL中にプロカインアミド塩酸塩  
33 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )約7 $\mu$ gを含む液となるように溶出試験第2  
34 液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量  
35 用塩酸プロカインアミドを105°Cで4時間乾燥し、その約  
36 0.125gを精密に量り、水に溶かし、正確に1000mLとする。  
37 この液5mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に  
38 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
39 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
40 278nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

41 プロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )の表示量に対す  
42 る溶出率(%)

$$43 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$$

44  $M_S$ : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量(mg)

45 C: 1錠中のプロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )の  
46 表示量(mg)

47 定量法 本品10個をとり、pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液  
48 約300mLを加え、超音波処理により完全に崩壊させる。こ  
49 れにpH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に

50 500mLとし、5分間かき混ぜる。この液を遠心分離した後、  
51 上澄液V mLを正確に量り、1mL中にプロカインアミド塩酸  
52 塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )約10 $\mu$ gを含む液となるようにpH3.0の  
53 0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV' mLとする。こ  
54 の液を孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過し、  
55 初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に  
56 定量用塩酸プロカインアミドを105°Cで4時間乾燥し、その  
57 約50mgを精密に量り、pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液に  
58 溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、  
59 pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLと  
60 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正  
61 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
62 試験を行い、それぞれのプロカインアミドのピーク面積  
63  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

64 プロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )の量(mg)

$$65 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 10$$

66  $M_S$ : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量(mg)

67 試験条件

68 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長270nm)  
69 カラム: 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
70 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
71 リカゲルを充てんする。

72 カラム温度: 40°C付近の一定温度

73 移動相: pH3.0の0.02mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノー  
74 ル混液(9:1)

75 流量: プロカインアミドの保持時間が約9分になるよう  
76 に調整する。

77 システム適合性

78 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
79 操作するとき、プロカインアミドのピークの理論段数  
80 及びシンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、  
81 1.5以下である。

82 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
83 で試験を6回繰り返すとき、プロカインアミドのピー  
84 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

85 貯法 容器 気密容器。

1 プロカインアミド塩酸塩注射液

1 プロカインアミド塩酸塩注射液

2 Procainamide Hydrochloride Injection

3 塩酸プロカインアミド注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

6 プロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ : 271.79)を含む。

7 製法 本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり、注射剤の製

8 法により製する。

9 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

10 pH: 4.0～6.0

11 確認試験

12 (1) 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」  
13 10mgに対応する容量をとり、希塩酸1mL及び水を加えて  
14 5mLとした液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈す  
15 る。

16 (2) 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」0.1g  
17 に対応する容量をとり、水を加えて100mLとする。この液  
18 1mLに水を加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度  
19 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長  
20 277～281nmに吸収の極大を示す。

21 (3) 本品は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

22 エントキシシン(4.01) 0.30EU/mg未満。

23 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

24 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

25 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

26 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、  
27 適合する。

28 定量法 本品のプロカインアミド塩酸塩( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ )約  
29 0.5gに対応する容量を正確に量り、塩酸5mL及び水を加え  
30 て50mLとし、更に臭化カリウム溶液(3→10)10mLを加え、  
31 15℃以下に冷却した後、0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液で電  
32 位差滴定法又は電流滴定法により滴定(2.50)する。

33 0.1mol/L亜硝酸ナトリウム液1mL

34 =27.18mg  $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$

35 貯法 容器 密封容器。

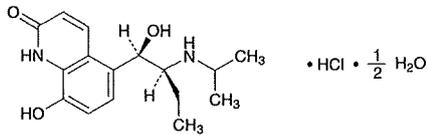
1 プロカテロール塩酸塩水和物

1 プロカテロール塩酸塩水和物

2 Procatamol Hydrochloride Hydrate

3 塩酸プロカテロール

4 プロカテロール塩酸塩



5

6  $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2}H_2O$  : 335.83

7 8-Hydroxy-5-((1*RS*,2*SR*)-1-hydroxy-

8 2-[(1-methylethyl)amino]butyl}quinolin-2(1*H*)-one

9 monohydrochloride hemihydrate

10 [62929-91-3, 無水物]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プロカテロ  
12 ール塩酸塩( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$  : 326.82)98.5%以上を含む。

13 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。

14 本品は水、ギ酸又はメタノールにやや溶けやすく、エタノ  
15 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  
16 い。

17 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である。  
18 本品は光によって徐々に着色する。

19 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

20 融点：約195°C(分解)。

21 確認試験

22 (1) 本品の水溶液(7→1000000)につき、紫外可視吸光度  
23 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ  
24 クトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペ  
25 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

30 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
31 する。

32 純度試験

33 (1) 溶状 本品1.0gを水30mLに溶かすとき、液は澄明で、  
34 液の色は次の比較液より濃くない。

35 比較液：塩化鉄(III)の色と比較原液3.0mLをとり、水を加  
36 えて50mLとする。

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

40 (3) 類縁物質 本品0.10gを薄めたメタノール(1→  
41 2)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
42 量り、薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に100mLとし、  
43 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2 $\mu$ Lずつを正確にと  
44 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
45 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  
46 り測定するとき、試料溶液のプロカテロール以外のピークの  
47 合計面積は、標準溶液のプロカテロールのピーク面積より大  
48 きくない。

49 操作条件

50 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

51 カラム：内径約4mm、長さ約25cmのステンレス管に  
52 5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
53 ル化シリカゲルを充てんする。

54 カラム温度：40°C付近の一定温度

55 移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム0.87gを水  
56 1000mLに溶かした液760mLにメタノール230mL及  
57 び酢酸(100)10mLを加える。

58 流量：プロカテロールの保持時間が約15分になるよう  
59 に調整する。

60 カラムの選定：本品及び塩酸スレオプロカテロール  
61 20mgずつを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶かす。  
62 この液15mLをとり、薄めたメタノール(1→2)を加え  
63 て100mLとする。この液2 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
64 操作するとき、プロカテロール、スレオプロカテロー  
65 ルの順に溶出し、その分離度が3以上のものを用いる。  
66 検出感度：標準溶液2 $\mu$ Lから得たプロカテロールのピー  
67 ク高さが10mm以上になるように調整する。

68 面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロカテロールの  
69 保持時間の約2.5倍の範囲

70 水分(2.48) 2.5～3.3%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

71 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

72 定量法 本品約0.25gを精密に量り、ギ酸2mLを加え、加温し  
73 て溶かし、0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え、更に無水  
74 酢酸1mLを加えた後、水浴上で30分間加熱する。冷後、無  
75 水酢酸60mLを加え、過量の過塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリ  
76 ウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試  
77 験を行う。

78 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.68mg  $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$

79 貯法

80 保存条件 遮光して保存する。

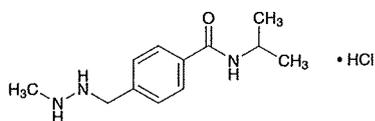
81 容器 密閉容器。

1 プロカルバジン塩酸塩

1 プロカルバジン塩酸塩

2 Procarbazine Hydrochloride

3 塩酸プロカルバジン



5  $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$  : 257.76

6 *N*-(1-Methylethyl)-

7 4-[(2-methylhydrazino)methyl]benzamide

8 monohydrochloride

9 [366-70-1]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、プロカルバジン塩酸  
11 塩( $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色~帯淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

14 本品は希塩酸に溶ける。

15 融点: 約223°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gを薄めた硫酸銅(II)試液(1→10)1mLに溶か  
18 し、水酸化ナトリウム試液4滴を加えるとき、直ちに緑色の  
19 沈殿を生じ、沈殿は緑色より黄色を経てだいたい色に変わる。

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

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 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  
27 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
28 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (4) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
30 する。

31 pH(2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは3.0~  
32 5.0である。

33 純度試験

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

37 (2) 類縁物質 本品50mgをL-システイン塩酸塩一水和  
38 物の薄めたメタノール(7→10)溶液(1→200)5.0mLに溶かし、  
39 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、L-システイン  
40 塩酸塩一水和物の薄めたメタノール(7→10)溶液(1→200)を  
41 加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
42 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。薄  
43 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  
44 製した薄層板を、傾けながらL-システイン塩酸塩一水和物  
45 の薄めたメタノール(7→10)溶液(1→200)に徐々に浸し、1分  
46 間放置した後取り出し、冷風で10分間、温風で5分間乾燥し、  
47 更に60°Cで5分間乾燥する。冷後、この薄層板に試料溶液及  
48 び標準溶液5μLずつをスポットする。次にメタノール/酢酸

49 エチル混液(1:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄  
50 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
51 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  
52 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  
53 ない。

54 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

55 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、共栓フラ  
57 スコに入れ、水25mLに溶かし、塩酸25mLを加えて室温に  
58 冷却する。この液にクロロホルム5mLを加え、振り混ぜな  
59 がら、0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫  
60 色が消えるまで滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点はク  
61 ロロホルム層が脱色した後、5分以内に再び赤紫色が現れな  
62 いときとする。

63 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL

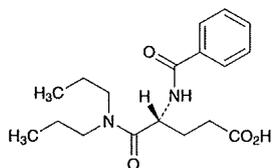
64 = 8.592mg  $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$

65 貯法 容器 気密容器。

1 プログルミド

1 プログルミド

2 Proglumide



及び鏡像異性体

4 C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 334.41

5 (4*RS*)-4-Benzoylamino-*N,N*-dipropylglutamic acid

6 [6620-60-6]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プログルミド  
8 (C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

13 本品のメタノール溶液(1→10)は旋光性を示さない。

14 確認試験

15 (1) 本品0.5gを丸底アンプルにとり、塩酸5mLを加え、  
16 アンプルを熔封し、注意して120℃で3時間加熱する。冷後、  
17 析出した結晶をろ取し、冷水50mLで洗った後、得られた結  
18 晶を100℃で1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は121～  
19 124℃である。

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

24 吸光度(2.24)  $E_{1cm}^{1\%}(225nm)$  : 384～414(乾燥後、4mg, メタ  
25 ノール, 250mL)。

26 融点(2.60) 148～150℃

27 純度試験

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

31 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとる、硝酸マグネシウム六  
32 水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mL及び過酸化水素  
33 (30)1.5mLを加え、エタノールに点火した後、第3法により  
34 検液を調製し、試験を行う(2ppm以下)。

35 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試  
36 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
37 えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
38 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
39 料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
40 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
41 する。次にシクロヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)/メタ  
42 ノール混液(50 : 18 : 5 : 4)を展開溶媒として約10cm展開し  
43 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照  
44 射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
45 標準溶液から得たスポットより濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 0.10%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60℃,

47 3時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.16gを精密に量り、メタノー  
50 ル40mLに溶かし、水10mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリ  
51 ウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試  
52 験を行い、補正する。

53 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=33.44mg C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

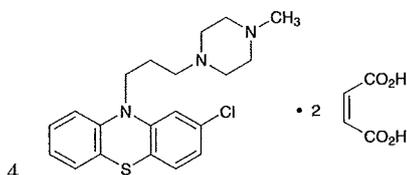
54 貯法 容器 密閉容器。

1 プロクロルペラジンマレイン酸塩

1 プロクロルペラジンマレイン酸塩

2 Prochlorperazine Maleate

3 マレイン酸プロクロルペラジン



5  $C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$  : 606.09

6 2-Chloro-10-[3-(4-methylpiperazin-1-yl)propyl]-

7 10H-phenothiazine dimaleate

8 [84-02-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プロクロルペラジン  
10 マレイン酸塩( $C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはなく、味はわず  
12 かに苦い。

13 本品は酢酸(100)に溶けにくく、水又はエタノール(95)に  
14 極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は光によって徐々に赤色を帯びる。

16 融点：195～203℃(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品5mgを硫酸5mLに溶かすとき、液は赤色を呈し、  
19 徐々に濃くなる。この液の半量を取り、加熱するとき、赤紫  
20 色を呈する。残りの液に二クロム酸カリウム試液1滴を加え  
21 るとき、緑褐色を呈し、放置すると褐色に変わる。

22 (2) 本品0.5gに臭化水素酸10mLを加え、還流冷却器を付  
23 けて10分間加熱する。冷後、水100mLを加え、ガラスろ過  
24 器(G4)を用いてろ過する。残留物を水10mLずつで3回洗っ  
25 た後、105℃で1時間乾燥するとき、その融点 (2.60) は195  
26 ～198℃(分解)である。

27 (3) 本品0.2gを水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLに溶か  
28 し、ジエチルエーテル3mLずつで3回抽出する[水層は(4)の  
29 試験に用いる]。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上  
30 で蒸発乾固する。残留物にメタノール10mLを加え、加温し  
31 て溶かし、これを50℃に加温した2,4,6-トリニトロフェノ  
32 ールのメタノール溶液(1→75)30mLに加えて1時間放置する。  
33 結晶をろ取し、少量のメタノールで洗った後、105℃で1時  
34 間乾燥するとき、その融点 (2.60) は252～258℃(分解)であ  
35 る。

36 (4) (3)の水層に沸騰石を入れ、水浴上で10分間加熱する。  
37 冷後、臭素試液2mLを加え、水浴上で10分間加熱し、更に  
38 沸騰するまで加熱する。冷後、この液2滴をレソルシノール  
39 の硫酸溶液(1→300)3mL中に滴加し、水浴上で15分間加熱  
40 するとき、液は赤紫色を呈する。

41 純度試験 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作  
42 し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える  
43 (10ppm以下)。

44 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 3時間)。

45 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

46 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸

47 (100)60mLを加え、かき混ぜながら加温して溶かす。冷後、  
48 0.05mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(指示薬：p-ナフトー  
49 ルベンゼイン試液0.5mL)。ただし、滴定の終点は液のだい  
50 だい色が緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行  
51 い、補正する。

52 0.05mol/L過塩素酸1mL=15.15mg  $C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$

53 貯法

54 保存条件 遮光して保存する。

55 容器 気密容器。

## 1 プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

2 Prochlorperazine Maleate Tablets

3 マレイン酸プロクロルペラジン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 プロクロルペラジンマレイン酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S ·  
6 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>: 606.09)を含む。

7 製法 本品は「プロクロルペラジンマレイン酸塩」をとり、錠  
8 剤の製法により製する。

## 9 確認試験

10 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロクロルペラジン  
11 マレイン酸塩」5mgに対応する量を取り、酢酸(100)15mLを  
12 加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLに硫酸3mLを加  
13 えて振り混ぜるとき、淡赤色を呈する。この液に二クロム酸  
14 カリウム試液1滴を滴加するとき、緑褐色を呈し、放置する  
15 とき、褐色に変わる。

16 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロクロルペラジン  
17 マレイン酸塩」0.08gに対応する量を取り、メタノール  
18 15mL及びジメチルアミン1mLを加えて振り混ぜた後、遠心  
19 分離し、上澄液を試料溶液とする。別にプロクロルペラジン  
20 マレイン酸塩標準品0.08gにメタノール15mL及びジメチル  
21 アミン1mLを加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液  
22 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
23 試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー  
24 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  
25 1-ブタノール/アンモニア試液混液(15:2)を展開溶媒とし  
26 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化パラ  
27 ジウム(II)試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶  
28 液から得たスポットは、赤紫色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等  
29 しい。

30 (3) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロクロルペラジン  
31 マレイン酸塩」0.04gに対応する量を取り、1mol/L塩酸試液  
32 10mL及びジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜた後、  
33 遠心分離する。ジエチルエーテル層は分液漏斗に移し、  
34 0.05mol/L硫酸試液5mLで洗った後、水浴上で蒸発乾固する。  
35 残留物を硫酸試液5mLに溶かし、必要ならばろ過する。ろ  
36 液に過マンガン酸カリウム試液1~2滴を加えるとき、試液  
37 の赤色は直ちに消える。

38 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  
39 き、適合する。

40 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、  
41 薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)3V/  
42 5mLを加えて崩壊するまで超音波処理した後、10分間激し  
43 く振り混ぜる。次に、内標準溶液V/20mLを正確に加え、  
44 1mL中にプロクロルペラジンマレイン酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S ·  
45 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約80μgを含む液となるように、薄めたリン酸(1→  
46 500)/エタノール(99.5)混液(1:1)を加えてVmLとする。こ  
47 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  
48 準用する。

49 プロクロルペラジンマレイン酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)  
50 の量(mg)

$$51 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$$

52 M<sub>S</sub>: プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量  
53 (mg)

54 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸(1  
55 →500)/エタノール(99.5)混液(1:1)溶液(1→1000)

56 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
57 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間  
58 の溶出率は75%以上である。

59 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
60 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
61 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
62 正確に量り、表示量に従い1mL中にプロクロルペラジンマ  
63 レイン酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約9μgを含む液となる  
64 ように試験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。  
65 別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を105°Cで3時  
66 間乾燥し、その約18mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
67 正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を  
68 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
69 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  
70 (2.24)により試験を行い、波長255nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
71 びA<sub>S</sub>を測定する。

72 プロクロルペラジンマレイン酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)  
73 の表示量に対する溶出率(%)

$$74 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

75 M<sub>S</sub>: プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量  
76 (mg)

77 C: 1錠中のプロクロルペラジンマレイン酸塩  
78 (C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

79 定量法 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品20個以  
80 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  
81 末とする。プロクロルペラジンマレイン酸塩  
82 (C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約8mgに対応する量を精密に量り、  
83 薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)60mLを  
84 加えて10分間激しく振り混ぜる。次に、内標準溶液5mLを  
85 正確に加え、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液  
86 (1:1)を加えて100mLとする。この液を遠心分離し、上澄  
87 液を試料溶液とする。別にプロクロルペラジンマレイン酸塩  
88 標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
89 薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)に溶か  
90 し、正確に25mLとする。この液10mLを正確に量り、内標  
91 準溶液5mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→500)/エタノ  
92 ール(99.5)混液(1:1)を加えて100mLとし、標準溶液とする。  
93 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  
94 グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
95 面積に対するプロクロルペラジンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及び  
96 Q<sub>S</sub>を求める。

97 プロクロルペラジンマレイン酸塩(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)  
98 の量(mg)

$$99 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$$

100 M<sub>S</sub>: プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量  
101 (mg)

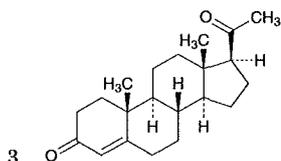
## 2 プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

- 102 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸(1  
103 →500)/エタノール(99.5)混液(1:1)溶液(1→1000)
- 104 試験条件
- 105 検出器：紫外吸光度計(測定波長：257nm)
- 106 カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
107 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
108 リカゲルを充てんする。
- 109 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 110 移動相：薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液  
111 (1→2)/アセトニトリル混液(11:9)
- 112 流量：プロクロルペラジンの保持時間が約5分になるよ  
113 うに調整する。
- 114 システム適合性
- 115 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操  
116 作するとき，プロクロルペラジン，内標準物質の順に  
117 溶出し，その分離度は10以上である。
- 118 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
119 試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に  
120 対するプロクロルペラジンのピーク面積の比の相対標  
121 準偏差は1.0%以下である。
- 122 貯法
- 123 保存条件 遮光して保存する。
- 124 容器 気密容器。

# 1 プロゲステロン

## 1 プロゲステロン

### 2 Progesterone



4 C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub> : 314.46

5 Pregn-4-ene-3,20-dione

6 [57-83-0]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プロゲステロン

8 (C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)97.0~103.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、  
11 水にほとんど溶けない。

#### 12 確認試験

13 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫  
14 外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
15 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロゲステロ  
16 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  
17 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  
18 度の吸収を認める。

19 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭  
20 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
21 品の参照スペクトル又はプロゲステロン標準品のスペクトル  
22 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
23 様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を  
24 認めるときは、本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエ  
25 タノール(95)に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物に  
26 つき、同様の試験を行う。

27 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +184~+194°(乾燥後、0.2g、エタ  
28 ノール(99.5)、10mL、100mm)。

29 融点 (2.60) 128~133°C又は120~122°C

30 純度試験 類縁物質 本品80mgをメタノール2mLに溶かし、  
31 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
32 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
33 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
34 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  
35 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  
36 する。次にジエチルエーテル/ジエチルアミン混液(19 : 1)  
37 を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。  
38 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
39 得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポッ  
40 トより濃くない。

41 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g、減圧、酸化リン(V)、4時  
42 間)。

43 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

44 定量法 本品及びプロゲステロン標準品を乾燥し、その約  
45 10mgずつを精密に量り、それぞれをエタノール(99.5)に溶  
46 かし、正確に100mLとする。これらの液5mLずつを正確に  
47 量り、それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に50mLと

48 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  
49 つき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波  
50 長241nm付近の吸収極大の波長における吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を  
51 測定する。

52 プロゲステロン(C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>

53 M<sub>S</sub> : プロゲステロン標準品の秤取量(mg)

#### 54 貯法

55 保存条件 遮光して保存する。

56 容器 気密容器。

## 1 プロゲステロン注射液

### 1 プロゲステロン注射液

#### 2 Progesterone Injection

3 本品は油性の注射液である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 プロゲステロン( $C_{21}H_{30}O_2$ : 314.46)を含む。

6 製法 本品は「プロゲステロン」をとり、注射剤の製法により  
7 製する。

8 性状 本品は無色～微黄色澄明の油液である。

9 確認試験 本品1mLを量り、薄めたエタノール(9→10)1mLを  
10 加え、よく振り混ぜた後、エタノール層を分取し、石油ベン  
11 ジン1mLを加えて振り混ぜた後、エタノール層を試料溶液  
12 とする。別にプロゲステロン標準品約5mgを量り、エタノール  
13 (99.5)1mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、  
14 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
15 液及び標準溶液2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
16 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチル  
17 エーテル/ジエチルアミン混液(19:1)を展開溶媒として約  
18 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に  
19 噴霧した後、105℃で10分間加熱するとき、試料溶液から得  
20 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  
21 い。

22 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

23 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

24 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

25 無菌(4.06) 直接法により試験を行うとき、適合する。

26 定量法 本品につき、あらかじめ比重を測定する。約1mLに  
27 対応する質量を精密に量り、テトラヒドロフラン2mLを加  
28 えて混和した後、1mL中にプロゲステロン( $C_{21}H_{30}O_2$ )約  
29 0.5mgを含む液となるようにエタノール(99.5)を加えて正確  
30 に $V$  mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液  
31 10mLを正確に加え、エタノール(99.5)を加えて20mLとし、  
32 試料溶液とする。別にプロゲステロン標準品を酸化リン( $V$ )  
33 を乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約10mgを精密に量  
34 り、テトラヒドロフラン2mLに溶かし、エタノール(99.5)を  
35 加えて正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、内標  
36 準溶液10mLを正確に加え、エタノール(99.5)を加えて20mL  
37 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、  
38 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
39 い、内標準物質のピーク面積に対するプロゲステロンのピー  
40 ク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

41 プロゲステロン( $C_{21}H_{30}O_2$ )の量(mg)

$$42 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$$

43  $M_S$ : プロゲステロン標準品の秤取量(mg)

44 内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのエタノール  
45 (99.5)溶液(1→4000)

46 試験条件

47 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 241nm)

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

51 カラム温度: 35℃付近の一定温度

52 移動相: アセトニトリル/水混液(7:3)

53 流量: プロゲステロンの保持時間が約6分になるように  
54 調整する。

55 システムの適合性

56 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
57 作するとき、プロゲステロン、内標準物質の順に溶出  
58 し、その分離度は9以上である。

59 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
60 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
61 対するプロゲステロンのピーク面積の比の相対標準偏  
62 差は1.0%以下である。

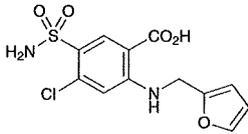
63 貯法

64 保存条件 遮光して保存する。

65 容器 密封容器。

## 1 フロセミド

## 2 Furosemide



3

4  $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$  : 330.745 4-Chloro-2-[(furan-2-ylmethyl)amino]-5-sulfamoylbenzoic  
6 acid

7 [54-31-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、フロセミド  
9 ( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ )98.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノ  
12 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、  
13 アセトニトリル又は酢酸(100)に溶けにくく、水にほとんど  
14 溶けない。

15 本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 融点：約205°C(分解)。

## 18 確認試験

19 (1) 本品25mgをメタノール10mLに溶かし、この液1mL  
20 に2mol/L塩酸試液10mLを加え、還流冷却器を付けて水浴上  
21 で15分間加熱した後、冷却し、水酸化ナトリウム試液18mL  
22 を加えて弱酸性とした液は芳香族第一アミンの定性反応  
23 (1.09)を呈する。ただし、液は赤色~赤紫色を呈する。24 (2) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→125000)につ  
25 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
26 測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロ  
27 セ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  
28 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  
29 の強度の吸収を認める。30 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
31 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
32 品の参照スペクトル又はフロセミド標準品のスペクトルを比  
33 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  
34 強度の吸収を認める。

## 35 純度試験

36 (1) 溶状 本品0.5gを水酸化ナトリウム溶液(1→50)10mL  
37 に溶かすとき、液は無色澄明である。38 (2) 塩化物(1.03) 本品2.6gを希水酸化ナトリウム試液  
39 90mLに溶かし、硝酸2mLを加えてろ過する。ろ液25mLに  
40 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
41 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLに希硝酸6mL  
42 及び水を加えて50mLとする(0.020%以下)。43 (3) 硫酸塩(1.14) (2)のろ液20mLに希塩酸1mL及び水  
44 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
45 液は0.005mol/L硫酸0.35mLに希塩酸1mL及び水を加えて  
46 50mLとする(0.030%以下)。

47 (4) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、

48 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
49 下)。50 (5) 類縁物質 本品25mgを溶解液25mLに溶かし、試料  
51 溶液とする。この液1mLを正確に量り、溶解液を加えて正  
52 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
53 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  
54 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
55 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得られ  
56 るフロセミドのピークより前に現れる個々のピークのピーク  
57 面積は、標準溶液のフロセミドのピーク面積の2/5倍より  
58 大きくなく、フロセミドのピークより後に現れる個々のピー  
59 クのピーク面積は、標準溶液のフロセミドのピーク面積の1  
60 /4倍より大きくない。また、それらのピークの合計面積は、  
61 標準溶液のフロセミドのピーク面積の2倍より大きくない。62 溶解液：酢酸(100)22mLに水/アセトニトリル混液(1:1)  
63 を加えて1000mLとする。

## 64 試験条件

65 検出器：紫外吸光度計(測定波長：272nm)

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

69 カラム温度：25°C付近の一定温度

70 移動相：水/テトラヒドロフラン/酢酸(100)混液(70:  
71 30:1)72 流量：フロセミドの保持時間が約18分になるように調  
73 整する。74 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフロセミドの保持  
75 時間の約2.5倍の範囲

## 76 システム適合性

77 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、溶解液を加  
78 えて正確に50mLとする。この液20μLから得たフロ  
79 セミドのピーク面積が、標準溶液のフロセミドのピー  
80 ク面積の3.2~4.8%になることを確認する。81 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
82 操作するとき、フロセミドのピークの理論段数及びシ  
83 ンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下で  
84 ある。85 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、フロセミドのピーク面積  
87 の相対標準偏差は2.0%以下である。

88 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

89 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

90 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
91 チルホルムアミド50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウ  
92 ム液で滴定(2.50)する(指示薬：プロモチモールブルー試液  
93 3滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときと  
94 する。別に*N,N*-ジメチルホルムアミド50mLに水15mLを  
95 加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。96 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL  
97 =33.07mg  $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ 

## 98 貯法

99 保存条件 遮光して保存する。

100 容器 気密容器。

## 1 フロセミド錠

### 1 フロセミド錠

#### 2 Furosemide 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 フロセミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S : 330.74)を含む。

5 製法 本品は「フロセミド」をとり、錠剤の製法により製する。  
6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「フロセミド」0.2gに  
8 対応する量を取り、アセトン40mLを加えてよく振り混ぜた  
9 後、ろ過する。ろ液0.5mLに2mol/L塩酸試液10mLを加え、  
10 還流冷却器を付けて水浴上で15分間加熱する。冷後、水酸  
11 化ナトリウム試液18mLを加えて弱酸性とした液は、芳香族  
12 第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。ただし、液は赤色  
13 ～赤紫色を呈する。

14 (2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
15 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長227～  
16 231nm, 269～273nm及び330～336nmに吸収の極大を示す。

17 純度試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フロセミド」  
18 40mgに対応する量を取り、アセトン30mLを加えてよく振  
19 り混ぜた後、更にアセトンを加えて正確に50mLとする。こ  
20 の液を遠心分離し、上澄液1.0mLに水3.0mLを加えて氷冷し  
21 た後、希塩酸3.0mL及び亜硝酸ナトリウム試液0.15mLを加  
22 えて振り混ぜ、1分間放置する。この液にアミド硫酸アンモ  
23 ニウム試液1.0mLを加えてよく振り混ぜ、3分間放置した後、  
24 *N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシウ  
25 酸塩試液1.0mLを加え、よく振り混ぜ、5分間放置する。こ  
26 の液につき、アセトン1.0mLを用いて同様に操作して得た液  
27 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
28 うとき、波長530nmにおける吸光度は0.10以下である。

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

31 本品1個をとり、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加え  
32 てよく振り混ぜて崩壊させた後、1mL中にフロセミド  
33 (C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)約0.4mgを含む液となるように0.05mol/L水  
34 酸化ナトリウム試液を加え、正確にV mLとする。この液を  
35 ろ過し、初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液2mLを正確  
36 に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に  
37 100mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

38 フロセミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)  
39  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

40  $M_S$  : フロセミド標準品の秤取量(mg)

41 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
42 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の20mg錠  
43 の15分間及び40mg錠の30分間の溶出率は、それぞれ80%以  
44 上である。

45 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
46 30mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
47 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
48 正確に量り、表示量に従い1mL中にフロセミド  
49 (C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)約10μgを含む液となるように試験液を加え  
50 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にフロセミド標  
51 準品を105℃で4時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、メ

52 タノール5mLに溶かした後、試験液を加えて正確に100mL  
53 とする。この液5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に  
54 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
55 き、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
56 り試験を行い、波長277nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
57 する。

58 フロセミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)  
59  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

60  $M_S$  : フロセミド標準品の秤取量(mg)

61  $C$  : 錠中のフロセミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量(mg)

62 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
63 とする。フロセミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)約40mgに対応する量  
64 を精密に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液70mLを加  
65 えてよく振り混ぜた後、更に0.05mol/L水酸化ナトリウム試  
66 液に溶かし、正確に100mLとする。この液をろ過し、初め  
67 のろ液10mL以上を除き、次のろ液2mLを正確に量り、  
68 0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし、  
69 試料溶液とする。別にフロセミド標準品を105℃で4時間乾  
70 燥し、その約20mgを精密に量り、0.05mol/L水酸化ナトリ  
71 ウム試液に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確  
72 に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に  
73 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
74 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
75 271nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

76 フロセミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S)の量(mg)  $= M_S \times A_T / A_S \times 2$

77  $M_S$  : フロセミド標準品の秤取量(mg)

78 貯法

79 保存条件 遮光して保存する。

80 容器 気密容器。

## 1 フロセミド注射液

### 1 フロセミド注射液

#### 2 Furosemide 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 フロセミド( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ : 330.74)を含む。

6 製法 本品は「フロセミド」をとり、注射剤の製法により製す  
7 る。

8 性状 本品は無色澄明の液である。

#### 9 確認試験

10 (1) 本品の表示量に従い「フロセミド」2.5mgに対応する  
11 容量をとり、2mol/L塩酸試液10mLを加え、還流冷却器を付  
12 けて水浴上で15分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試  
13 液18mLを加えて弱酸性とした液は、芳香族第一アミンの定  
14 性反応(1.09)を呈する。ただし、液は赤色～赤紫色を呈す  
15 る。

16 (2) 本品の表示量に従い「フロセミド」20mgに対応する  
17 容量をとり、水を加えて100mLとする。この液2mLをとり、  
18 0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて50mLとした液に  
19 つき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル  
20 を測定するとき、波長227～231nm, 269～273nm及び330  
21 ～336nmに吸収の極大を示す。

22 浸透圧比 別に規定する。

23 pH 別に規定する。

24 純度試験 本品の表示量に従い「フロセミド」40mgに対応す  
25 る容量を正確に量り、アセトン30mLを加えてよく振り混ぜ  
26 た後、アセトンを加えて正確に50mLとする。この液を遠心  
27 分離し、上澄液1.0mLに水3.0mLを加えて氷冷した後、希塩  
28 酸3.0mL及び亜硝酸ナトリウム試液0.15mLを加えて振り混  
29 ぜ、1分間放置する。この液にアミド硫酸アンモニウム試液  
30 1.0mLを加えてよく振り混ぜ、3分間放置した後、*N,N*-ジ  
31 エチルー*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液  
32 1.0mLを加え、よく振り混ぜ、5分間放置する。この液につ  
33 き、アセトン1.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照と  
34 し、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、  
35 波長530nmにおける吸光度は0.10以下である。

36 エンドトキシン(4.01) 1.25EU/mg未満。

37 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

38 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

39 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

42 定量法 本品のフロセミド( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ )約20mgに対応す  
43 る容量を正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。こ  
44 の液3mLを正確に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を  
45 加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別にフロセミ  
46 ド標準品を105℃で4時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
47 0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとす  
48 る。この液3mLを正確に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム  
49 試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶  
50 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
51 り試験を行い、波長271nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
52 する。

53 フロセミド( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

54  $M_S$ : フロセミド標準品の秤取量(mg)

#### 55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 密封容器。

## 1 プロタミン硫酸塩

### 1 プロタミン硫酸塩

2 Protamine Sulfate

3 硫酸プロタミン

4 本品はサケ科(*Salmonidae*)魚類の成熟した精巢から得た  
5 プロタミンの硫酸塩である。

6 本品はヘパリンに結合する性質を有する。

7 本品は換算した乾燥物1mg当たりヘパリン100単位以上に  
8 結合する。

9 性状 本品は白色の粉末である。

10 本品は水にやや溶けにくい。

#### 11 確認試験

12 (1) 本品1mgを水2mLに溶かし、1-ナフトール0.1gを薄  
13 めたエタノール(7→10)100mLに溶かした液5滴及び、次亜  
14 塩素酸ナトリウム試液5滴を加えた後、水酸化ナトリウム試  
15 液を加えてアルカリ性とするとき、液は鮮赤色を呈する。

16 (2) 本品5mgに水1mLを加え、加温して溶かし、水酸化  
17 ナトリウム溶液(1→10)1滴及び硫酸銅(II)試液2滴を加える  
18 とき、液は赤紫色を呈する。

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

21 pH (2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.5～  
22 7.5である。

#### 23 純度試験

24 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
25 澄明である。

26 (2) 吸光度 本品0.10gを水10mLに溶かした液につき、  
27 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長  
28 260nmから280nmの吸光度は0.1以下である。

29 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

30 窒素含量 本品約10mgを精密に量り、窒素定量法(1.08)によ  
31 り試験を行うとき、窒素(N:14.01)の量は、換算した乾燥物  
32 に対し、22.5～25.5%である。

#### 33 ヘパリン結合性

34 (i) 試料溶液(a) 本品約15mgを精密に量り、水に溶かし、  
35 正確に100mLとする操作を3回繰り返す、それぞれ試料溶液  
36 (a<sub>1</sub>), (a<sub>2</sub>)及び(a<sub>3</sub>)とする。

37 (ii) 試料溶液(b) 試料溶液(a<sub>1</sub>), (a<sub>2</sub>)及び(a<sub>3</sub>)10mLずつを  
38 正確に量り、水5mLずつを正確に加え、それぞれ試料溶液  
39 (b<sub>1</sub>), (b<sub>2</sub>)及び(b<sub>3</sub>)とする。

40 (iii) 試料溶液(c) 試料溶液(a<sub>1</sub>), (a<sub>2</sub>)及び(a<sub>3</sub>)10mLずつを  
41 正確に量り、水20mLずつを正確に加え、それぞれ試料溶液  
42 (c<sub>1</sub>), (c<sub>2</sub>)及び(c<sub>3</sub>)とする。

43 (iv) 標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品を水に溶かし、  
44 1mL中に約20単位を含む液を正確に調製する。

45 (v) 操作法 試料溶液2mLを正確に量り、分光光度計用セル  
46 に加え、これに標準溶液を少量ずつ滴加して混和し、紫外  
47 可視吸光度測定法(2.24)により波長500nmにおける透過率  
48 を測定する。滴定の終点は透過率の急激な変化が見られる点  
49 として、滴加した標準溶液量V mLを求める。各試料溶液に  
50 ついて2回繰り返す測定を行う。

51 (vi) 計算法 各試料溶液を用いて得られた滴定量から、次  
52 式により試料1mg当りに結合するヘパリンの量を計算し、

53 得られた18個の値の平均値を求める。ただし、試料溶液(a),  
54 (b)及び(c)につき、それぞれ得られた6個の値の相対標準偏差  
55 は5%以下である。また、試料溶液(a), (b)及び(c)を組み合  
56 わせた3組(a<sub>1</sub>, b<sub>1</sub>, c<sub>1</sub>), (a<sub>2</sub>, b<sub>2</sub>, c<sub>2</sub>)及び(a<sub>3</sub>, b<sub>3</sub>, c<sub>3</sub>)につき、  
57 それぞれ得られた6個の値の相対標準偏差は5%以下である。

58 本品1mgが結合するヘパリンの量(ヘパリン単位)

$$59 = S \times V \times 50 / M_T \times d$$

60 S: 標準溶液1mL中のヘパリンナトリウムの量(ヘパリン  
61 単位)

62 M<sub>T</sub>: 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

63 d: 各試料溶液の試料溶液(a)からの希釈倍数

64 硫酸の量 本品約0.15gを精密に量り、水75mLに溶かし、  
65 3mol/L塩酸試液5mLを加え、沸騰するまで加熱する。沸騰  
66 を維持しながら塩化バリウム試液10mLをゆっくり加えた後、  
67 加熱下1時間放置する。その後、生じた沈殿物をろ過し、沈  
68 殿物を温水で数回洗浄した後、あらかじめ秤量したるつぼに  
69 移し、沈殿物を乾燥し、恒量になるまで強熱して灰化すると  
70 き、硫酸(SO<sub>4</sub>)の量は、換算した乾燥物に対し、16～22%で  
71 ある。ただし、残渣1gは0.4117gのSO<sub>4</sub>に相当する。

72 貯法 容器 気密容器。

1 プロタミン硫酸塩注射液

1 プロタミン硫酸塩注射液

2 Protamine Sulfate Injection

3 硫酸プロタミン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の92.0～108.0%に対応する  
6 「プロタミン硫酸塩」を含む。また、表示量1mg当たりへパ  
7 リン100単位以上に結合する。

8 製法 本品は「プロタミン硫酸塩」をとり、注射剤の製法によ  
9 り製する。

10 性状 本品は無色の液で、においはないか、又は保存剤による  
11 においがある。

12 確認試験

13 (1) 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」1mgに対応  
14 する容量をとり、水を加えて2mLとし、以下「プロタミン  
15 硫酸塩」の確認試験(1)を準用する。

16 (2) 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」5mgに対応  
17 する容量をとり、水を加えて1mLとし、以下「プロタミン  
18 硫酸塩」の確認試験(2)を準用する。

19 pH (2.54) 5.0～7.0

20 エンドトキシン (4.01) 6.0EU/mg未満。

21 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

22 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

23 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

26 定量法

27 (1) たん白質量 本品の「プロタミン硫酸塩」約10mgに  
28 対応する容量を正確に量り、ケルダールフラスコに入れ、水  
29 浴上で空気を通じて蒸発乾固し、窒素定量法 (1.08) により  
30 試験を行い、窒素(N: 14.01)0.24mgをたん白質量1mgに換  
31 算してたん白質量を求める。

32 (2) ヘパリン結合性 「プロタミン硫酸塩」のヘパリン結  
33 合性を準用して試験を行い、たん白質量で除してたん白質  
34 1mg当たりのヘパリン結合量を求める。ただし、(i)試料溶  
35 液(a)は次のとおりとする。

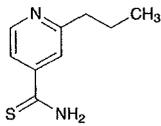
36 (i) 試料溶液(a) 本品の「プロタミン硫酸塩」15.0mgに  
37 対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に100mLとす  
38 る操作を3回繰り返し、それぞれ試料溶液(a<sub>1</sub>), (a<sub>2</sub>)及び(a<sub>3</sub>)  
39 とする。

40 貯法 容器 密封容器。

1 プロチオナミド

1 プロチオナミド

2 Prothionamide



4  $C_9H_{12}N_2S$  : 180.27

5 2-Propylpyridine-4-carbothioamide

6 [14222-60-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プロチオナミド  
8 ( $C_9H_{12}N_2S$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異な  
10 においがある。

11 本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノー  
12 ル(95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、  
13 水にほとんど溶けない。

14 本品は希塩酸及び希硫酸に溶ける。

15 確認試験

16 (1) 本品0.05gに1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン0.1g  
17 を混和し、その約10mgを試験管にとり、小火炎を用いて数  
18 秒間加熱して融解する。冷後、水酸化カリウム・エタノール  
19 試液3mLを加えるとき、液は赤色～だいたい赤色を呈する。

20 (2) 本品0.5gを100mLのビーカーに入れ、水酸化ナトリ  
21 ウム試液20mLを加え、時々振り混ぜながら加熱して溶かす  
22 とき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。更  
23 に、この液を3～5mLとなるまで穏やかに煮沸し、冷後、酢  
24 酸(100)20mLを徐々に加え、水浴上で加熱するとき、発生  
25 するガスは潤した酢酸鉛(II)紙を黒変する。更に、水浴上で  
26 送風しながら液量が3～5mLとなるまで濃縮し、冷後、水  
27 10mLを加え、よくかき混ぜ、吸引ろ取し、速やかに水から  
28 再結晶し、デシケーター(減圧、シリカゲル)で6時間乾燥す  
29 るとき、その融点(2.60)は198～203℃(分解)である。

30 融点(2.60) 142～145℃

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品0.5gをエタノール(95)20mLに溶かすとき、  
33 液は黄色澄明である。

34 (2) 酸 本品3.0gにメタノール20mLを加え、加温して溶  
35 かし、これに水100mLを加え、氷水中で振り混ぜながら結  
36 晶を析出させた後、ろ過する。ろ液80mLをとり、室温に戻  
37 し、クレゾールレッド試液0.8mL及び0.1mol/L水酸化ナトリ  
38 ウム液0.20mLを加えるとき、液は赤色を呈する。

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

42 (4) ヒ素(1.11) 本品0.6gをとり、第3法により検液を調  
43 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
44 タノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後、過酸化水素  
45 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(3.3ppm以下)。

46 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 80℃, 3時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸

49 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
50 (指示薬:p-ナフトールベンゼイン試液2mL)。ただし、滴  
51 定の終点は液のだいたい赤色が暗だいたい褐色になるとき  
52 とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=18.03mg  $C_9H_{12}N_2S$

54 貯法

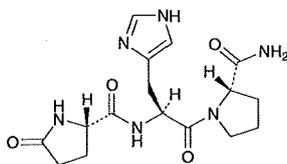
55 保存条件 遮光して保存する。

56 容器 密閉容器。

# 1 プロチレリン

## 1 プロチレリン

2 Protirelin



4  $C_{16}H_{22}N_6O_4$  : 362.38

5 5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide

6 [24305-27-9]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プロチレリ  
8 ン( $C_{16}H_{22}N_6O_4$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の粉末である。

10 本品は水、メタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に  
11 溶けやすい。

12 本品は吸湿性である。

### 13 確認試験

14 (1) 本品0.01gを硬質試験管にとり、6mol/L塩酸試液  
15 0.5mLを加え、試験管の上部を融封し、注意して110°Cで5  
16 時間加熱する。冷後、開封し、内容物をビーカーに移し、水  
17 浴上で蒸発乾固する。残留物を水1mLに溶かし、試料溶液  
18 とする。別にL-グルタミン酸0.08g、L-ヒスチジン塩酸塩  
19 一水和物0.12g及びL-プロリン0.06gを水20mLに溶かし、  
20 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  
21 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLづ  
22 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲルを用いて調製した  
23 薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/ピリジン  
24 /酢酸(100)混液(4:1:1:1)を展開溶媒として約12cm展開  
25 した後、薄層板を100°Cで30分間乾燥する。これにニンヒド  
26 リンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5  
27 分間加熱するとき、試料溶液から得た3個のスポットは、標  
28 準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及びR<sub>f</sub>  
29 値が等しい。

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

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -66.0~-69.0°(脱水物に換算した  
35 もの、0.1g、水、20mL、100mm)。

36 pH(2.54) 本品0.20gを水10mLに溶かした液のpHは7.5~  
37 8.5である。

### 38 純度試験

39 (1) 溶状 本品0.10gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
40 澄明である。

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

44 (3) 類縁物質 本品0.20gを水10mLに溶かし、試料溶液  
45 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
46 200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
47 ロマトグラフィ(2.03)により試験を行う。試料溶液及び

48 標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフィ用シリカゲルを  
49 用いて調製した薄層板(1)に、試料溶液5μLを薄層クロマト  
50 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(2)にスポ  
51 ットする。次に1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸(100)混  
52 液(4:2:1:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層  
53 板を100°Cで30分間乾燥する。薄層板(1)にスルファニル酸  
54 の1mol/L塩酸試液溶液(1→200)/亜硝酸ナトリウム溶液(1→  
55 20)混液(1:1)を均等に噴霧した後、風乾する。次に炭酸ナ  
56 トリウム十水合物溶液(1→10)を均等に噴霧するとき、試料  
57 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  
58 たスポットより濃くない。また、薄層板(2)にニンヒドリン  
59 のアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間  
60 加熱するとき、着色したスポットを認めない。

61 水分(2.48) 5.0%以下(0.1g、容量滴定法、直接滴定)。

62 強熱残分(2.44) 0.3%以下(0.2g)。

63 定量法 本品約70mgを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、  
64 0.02mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様  
65 の方法で空試験を行い、補正する。

66 0.02mol/L過塩素酸1mL=7.248mg  $C_{16}H_{22}N_6O_4$

67 貯法 容器 気密容器。

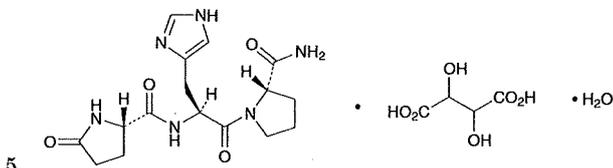
1 プロチレリン酒石酸塩水和物

1 プロチレリン酒石酸塩水和物

2 Protirelin Tartrate Hydrate

3 酒石酸プロチレリン

4 プロチレリン酒石酸塩



6  $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6 \cdot H_2O : 530.49$

7 5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide monotartrate

8 monohydrate

9 [24305-27-9, プロチレリン]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プロチレリン酒石酸塩( $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6 : 512.47$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、酢酸(100)にやや溶けにくく、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。

13 融点：約187°C(分解)。

14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→1000)1mLに4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1→2000)2mL及びpH9.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液2mLを加えるとき、液は赤色を呈する。

16 (2) 本品0.03gを水酸化ナトリウム試液5mL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。

17 (3) 本品0.20gをとり、6mol/L塩酸試液5.0mLを加え、還流冷却器を付け、7時間煮沸する。冷後、この液2.0mLをとり、水浴上で蒸発乾固した後、残留物を水2.0mLに溶かし、試料溶液とする。別にL-グルタミン酸22mg、L-ヒスチジン塩酸塩一水和物32mg、L-プロリン17mgをとり、0.1mol/L塩酸試液2.0mLを加え、加温して溶かし、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1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸(100)混液(4:1:1:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を100°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧し、80°Cで5分間加熱するとき、試料溶液から得た3個のスポットは、標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及び $R_f$ 値が等しい。

18 (4) 本品の水溶液(1→40)は酒石酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

19 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20} : -50.0 \sim -53.0^\circ$ (脱水物に換算した)もの0.5g, 水, 25mL, 100mm)。

20 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。

21 純度試験

22 (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。

23 (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)。

24 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gを磁製のつぼにとり、これに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、検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

25 (4) 類縁物質 本品0.60g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(1)に、試料溶液5μLを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板(2)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(6:4:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を100°Cで30分間乾燥する。薄層板(1)にスルファニル酸の1mol/L塩酸試液溶液(1→200)/亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)混液(1:1)を均等に噴霧した後、風乾する。次に炭酸ナトリウム十水和物溶液(1→10)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。また、薄層板(2)にニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間加熱するとき、着色したスポットを認めない。

26 水分(2.48) 4.5%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

27 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.5g)。

28 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)80mL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(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

29  $0.1\text{mol/L}$ 過塩素酸1mL=51.25mg  $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$

30 貯法 容器 密閉容器。

## 1 プロテイン銀

### 1 プロテイン銀

#### 2 Silver Protein

3 本品は銀及びたん白質の化合物である。

4 本品は定量するとき、銀(Ag: 107.87)7.5~8.5%を含む。

5 性状 本品はうすい黄褐色~褐色の粉末で、においはない。

6 本品1gは水2mLに徐々に溶け、エタノール(95)、ジエチル

7 エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

8 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは7.0~8.5である。

9 本品はやや吸湿性である。

10 本品は光によって変化する。

#### 11 確認試験

12 (1) 本品の水溶液(1→100)10mLに希塩酸2mLを加え、5  
13 分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリ  
14 ウム溶液(1→10)5mLを加えた後、薄めた硫酸銅(II)試液(2  
15 →25)2mLを加えるとき、液は紫色を呈する。

16 (2) 本品の水溶液(1→100)5mLに塩化鉄(III)試液を滴加す  
17 るとき、液は退色し、徐々に沈殿を生じる。

18 (3) 本品0.2g強熱して灰化し、残留物に硝酸1mLを加え、  
19 加温して溶かし、水10mLを加えた液は、銀塩の定性反応(1)  
20 (1.09)を呈する。

21 純度試験 銀塩 本品0.10gを水10mLに溶かし、ろ過した液  
22 にクロム酸カリウム試液1mLを加えるとき、液は混濁しな  
23 い。

24 定量法 本品約1gを精密に量り、100mLの分解フラスコにと  
25 り、硫酸10mLを加え、漏斗をのせ、5分間煮沸する。冷後、  
26 硝酸3mLを注意して滴加し、30分間煮沸を避けて加熱する。  
27 冷後、硝酸1mLを加えて煮沸し、必要ならばこの操作を繰  
28 り返し、液が冷時、無色となるまで煮沸する。冷後、この液  
29 を水100mLを用いて250mLの三角フラスコに移し、  
30 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定(2.50)する(指  
31 示薬: 硫酸アンモニウム鉄(III)試液3mL)。

32 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL=10.79mg Ag

#### 33 貯法

34 保存条件 遮光して保存する。

35 容器 気密容器。

## 1 プロテイン銀液

### 1 プロテイン銀液

#### 2 Silver Protein Solution

3 本品は定量するとき、銀(Ag: 107.87)0.22~0.26w/v%を  
4 含む。

#### 5 製法

プロテイン銀	30g
グリセリン	100mL
ハッカ水	適量
全量	1000mL

6 以上をとり、溶解混和して製する。

7 性状 本品は褐色澄明の液で、ハッカ油のにおいがある。

#### 8 確認試験

9 (1) 本品1mLにエタノール(95)10mLを混和した後、水酸  
10 化ナトリウム試液2mLを加え、直ちに塩化銅(II)二水和物の  
11 エタノール(95)溶液(1→10)1mLを加え、振り混ぜてろ過す  
12 るとき、ろ液は青色を呈する(グリセリン)。

13 (2) 本品3mLをとり、水を加えて10mLとし、これに希塩  
14 酸2mLを加え、5分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。ろ  
15 液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加えた後、薄めた  
16 硫酸銅(II)試液(2→25)2mLを加えるとき、液は紫色を呈す  
17 る(プロテイン銀)。

18 (3) (2)の試料溶液5mLに塩化鉄(III)試液を滴加するとき、  
19 褐色の沈殿を生じる(プロテイン銀)。

20 (4) 本品3mLをろつぽに入れ、注意して加熱し、ほとん  
21 ど乾固した後、徐々に強熱して灰化し、残留物に硝酸1mL  
22 を加え、加温して溶かし、水10mLを加えた液は銀塩の定性  
23 反応(1) (1.09) を呈する。

24 定量法 本品25mLを正確に量り、250mLのケルダールフラス  
25 コに入れ、グリセリンの白煙を生じるまで注意して加熱する。  
26 冷後、硫酸25mLを加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、5  
27 分間弱く加熱する。冷後、硝酸5mLを徐々に滴加し、水浴  
28 中で時々振り混ぜながら45分間加熱する。冷後、硝酸2mL  
29 を加えて静かに煮沸し、冷時、液が無色となるまでこの操作  
30 を繰り返す。注意してフラスコの内容物を水250mLで  
31 500mLの三角フラスコに洗い込み、5分間弱く煮沸し、冷後、  
32 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定(2.50)する(指  
33 示薬: 硫酸アンモニウム鉄(III)試液3mL)。

34 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL=10.79mg Ag

#### 35 貯法

36 保存条件 遮光して保存する。

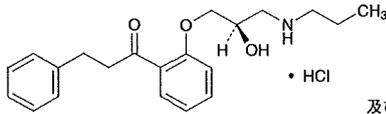
37 容器 気密容器。

1 プロパフェノン塩酸塩

1 プロパフェノン塩酸塩

2 Propafenone Hydrochloride

3 塩酸プロパフェノン



及び鏡像異性体

5 C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>3</sub> · HCl : 377.90

6 1-{2-[(2RS)-2-Hydroxy-

7 3-(propylamino)propoxy]phenyl}-3-phenylpropan-1-one

8 monohydrochloride

9 [34183-22-7]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、プロパフェノン塩酸

11 塩(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>3</sub> · HCl)98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、

14 水又はエタノール(99.5)に溶けにくい。

15 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品0.1gを水20mLに加温して溶かす。冷後、この液

18 3mLに水を加えて500mLとした液につき、紫外可視吸光度

19 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ

20 クトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペ

21 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩

23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

24 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同

25 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品0.1gを水20mLに加温して溶かす。冷後、この液

27 10mLに希硝酸1mLを加え、生じる沈殿をろ過する。ろ液は

28 塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

29 融点(2.60) 172~175°C

30 純度試験

31 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、

32 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以

33 下)。

34 (2) 類縁物質 本品0.10gを試験条件1の移動相20mLに溶

35 かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、試験条

36 件1の移動相を加えて正確に50mLとする。この液2.5mLを

37 正確に量り、フタル酸ジフェニルのメタノール溶液(1→

38 2000)2.5mLを加え、試験条件1の移動相を加えて正確に

39 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10µL

40 ずつを正確にとり、試験条件1及び試験条件2で液体クロマ

41 トグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の

42 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

43 液のプロパフェノン以外のピークの面積は、標準溶液のプロ

44 パフェノンのピーク面積より大きくない。

45 試験条件1

46 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

47 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5µm

48 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

49 リカゲルを充てんする。

50 カラム温度：40°C付近の一定温度

51 移動相：1-ノナンスルホン酸ナトリウム4.6g及びリン

52 酸2.3gを水に溶かし1000mLとし、孔径0.45µm以下

53 のメンブランフィルターでろ過する。ろ液900mLに

54 アセトニトリル600mLを加える。

55 流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約39分になる

56 ように調整する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からフタル酸ジフェニ

58 ルの保持時間の範囲

59 システム適合性1

60 システムの性能：本品12mg及び安息香酸イソプロピル

61 50mgをメタノール100mLに溶かす。この液10µLに

62 つき、試験条件1で操作するとき、プロパフェノン、

63 安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度は5

64 以上である。

65 システムの再現性：標準溶液10µLにつき、試験条件1で

66 試験を6回繰り返すとき、プロパフェノンのピーク面

67 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

68 試験条件2

69 検出器、カラム及びカラム温度は試験条件1を準用する。

70 移動相：1-デカンスルホン酸ナトリウム7.33g及びリ

71 ン酸2.3gを水に溶かし1000mLとし、孔径0.45µm以

72 下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液700mL

73 にアセトニトリル700mLを加える。

74 流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約11分になる

75 ように調整する。

76 面積測定範囲：フタル酸ジフェニルの保持時間からフタ

77 ル酸ジフェニルの保持時間の約2.5倍の範囲

78 システム適合性2

79 システムの性能：標準溶液10µLにつき、試験条件2で操

80 作するとき、プロパフェノン、フタル酸ジフェニルの

81 順に溶出し、その分離度は21以上である。

82 システムの再現性：標準溶液10µLにつき、試験条件2で

83 試験を6回繰り返すとき、プロパフェノンのピーク面

84 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 (3) 残留溶媒 別に規定する。

86 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

87 強熱残渣(2.44) 0.1%以下(1g)。

88 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、ギ酸2mL

89 に溶かした後、無水酢酸50mLを加えて0.05mol/L過塩素酸

90 で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行

91 い、補正する。

92 0.05mol/L過塩素酸1mL=18.90mg C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>3</sub> · HCl

93 貯法 容器 密閉容器。

# 1 プロパフェノン塩酸塩錠

## 1 プロパフェノン塩酸塩錠

2 Propafenone Hydrochloride Tablets

3 塩酸プロパフェノン錠

4 本品は定量するとき、表示量の96.0~104.0%に対応する  
5 プロパフェノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ; 377.90)を含む。

6 製法 本品は「プロパフェノン塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「プロパフェノン塩酸塩」0.3g  
9 に対応する個数をとり、水60mLを加え、加温しながら崩壊  
10 させる。冷後、遠心分離し、上澄液3mLに水を加えて  
11 500mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
12 吸収スペクトルを測定するとき、波長247~251nm及び  
13 302~306nmに吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極  
14 大の波長における吸光度を $A_1$ 及び $A_2$ とすると、 $A_1/A_2$ は  
15 2.30~2.55である。

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

18 本品1個をとり、水/アセトニトリル混液(1:1)30mLを  
19 加え、よく振り混ぜて崩壊させ、水/アセトニトリル混液  
20 (1:1)を加えて正確に50mLとし、遠心分離する。プロパフ  
21 エノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )約6mgに対応する容量の上  
22 澄液 $V$ mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
23 メタノールを加えて50mLとし、試料溶液とする。以下定量  
24 法を準用する。

25 プロパフェノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$26 = M_S \times Q_T / Q_S \times 10 / V$$

27  $M_S$ : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量(mg)

28 内標準溶液 安息香酸イソプロピルのメタノール溶液(1→  
29 200)

30 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
31 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
32 75%以上である。

33 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
34 20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
35 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V$ mLを正  
36 確に量り、表示量に従い1mL中にプロパフェノン塩酸塩  
37 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )約67 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて  
38 正確に $V'$ mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロ  
39 パフェノンを105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約13mgを精密に量  
40 り、水に溶かして正確に200mLとし、標準溶液とする。試  
41 料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
42 により試験を行い、波長305nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を  
43 測定する。

44 プロパフェノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する  
45 溶出率(%)

$$46 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450$$

47  $M_S$ : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量(mg)

48  $C$ : 1錠中のプロパフェノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )の表  
49 示量(mg)

50 定量法 本品のプロパフェノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )1.5g  
51 に対応する個数をとり、水/アセトニトリル混液(1:  
52 1)70mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させ、更に5分間よく  
53 振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確  
54 に100mLとし、遠心分離する。上澄液4mLを正確に量り、  
55 メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確  
56 に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを  
57 加えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロパ  
58 フェノンを105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約30mgを精密に量り、  
59 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液10mLを  
60 正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノール  
61 を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
62 溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
63 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
64 るプロパフェノンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

65 プロパフェノン塩酸塩( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$66 = M_S \times Q_T / Q_S \times 50$$

67  $M_S$ : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量(mg)

68 内標準溶液 安息香酸イソプロピルのメタノール溶液(1→  
69 200)

70 試験条件

71 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

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

75 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

76 移動相: 1-ノナンスルホン酸ナトリウム4.6g及びリン  
77 酸2.3gを水に溶かし、1000mLとし、孔径0.45 $\mu$ m以  
78 下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液900mL  
79 にアセトニトリル600mLを加える。

80 流量: プロパフェノンの保持時間が約8分になるように  
81 調整する。

82 システム適合性

83 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
84 操作するとき、プロパフェノン、内標準物質の順に溶  
85 出し、その分離度は5以上である。

86 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
87 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
88 に対するプロパフェノンのピーク面積の比の相対標準  
89 偏差は1.0%以下である。

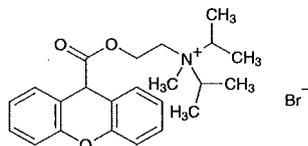
90 貯法 容器 気密容器。

1 プロパンテリン臭化物

1 プロパンテリン臭化物

2 Propantheline Bromide

3 臭化プロパンテリン



4

5  $C_{23}H_{30}BrNO_3$  : 448.39

6 *N*-Methyl-*N,N*-bis(1-methylethyl)-2-[(9*H*-xanthen-

7 9-ylcarbonyl)oxy]ethylaminium bromide

8 [50-34-0]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プロパンテリン臭化  
10 物( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ )98.0~102.0%を含む。

11 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味は極めて苦い。

13 本品は水、エタノール(95)、酢酸(100)又はクロロホルム  
14 に極めて溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、ジエチル  
15 エーテルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0~6.0である。

17 融点：約161°C(分解、ただし乾燥後)。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→20)5mLに水酸化ナトリウム試液  
20 10mLを加え、沸騰するまで加熱し、更に2分間加熱を続け  
21 た後、60°Cに冷却し、希塩酸5mLを加える。冷後、沈殿を  
22 ろ取り、水でよく洗い、希エタノールから再結晶し、105°C  
23 で1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は217~222°Cであ  
24 る。

25 (2) (1)で得た結晶0.01gを硫酸5mLに溶かすとき、液はさ  
26 えた黄色~黄赤色を呈する。

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

29 純度試験 キサンテン-9-カルボン酸及びキサントン 本品  
30 10mgをとり、クロロホルム2mLを正確に加えて溶かし、試  
31 料溶液とする。別にキサテン-9-カルボン酸1.0mg及び  
32 キサントン1.0mgをとり、クロロホルム40mLを正確に加  
33 えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、直ちに薄層  
34 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
35 び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
36 ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし、10分  
37 間風乾する。次に、1,2-ジクロロエタン/メタノール/水  
38 /ギ酸混液(56:24:1:1)を展開溶媒として約12cm展開し  
39 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線を照射するとき、標  
40 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  
41 スポットは、それぞれ標準溶液のスポットより濃くない。

42 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(2g, 105°C, 4時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、無水酢酸/  
45 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過素酸で滴定  
46 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
47 正する。

48 0.1mol/L過素酸1mL=44.84mg  $C_{23}H_{30}BrNO_3$

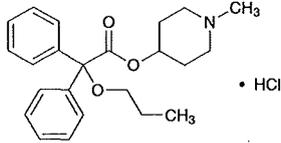
49 貯法 容器 密閉容器。

1 プロピペリン塩酸塩

1 プロピペリン塩酸塩

2 Propiverine Hydrochloride

3 塩酸プロピペリン



5 C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>3</sub> · HCl : 403.94

6 1-Methylpiperidin-4-yl 2,2-diphenyl-2-propoxyacetate

7 monohydrochloride

8 [54556-98-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プロピペリン塩酸塩  
10 (C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>3</sub> · HCl)98.5~101.5%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすい。

13 確認試験

14 (1) 本品50mgを水20mLに溶かし、アセトニトリルを加  
15 えて100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
16 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
17 と本品の参照スペクトル又はプロピペリン塩酸塩標準品につ  
18 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  
19 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
20 める。

21 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
22 塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
23 本品の参照スペクトル又は乾燥したプロピペリン塩酸塩標準  
24 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  
25 数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品の水溶液(1→100)5mLに酢酸エチル6mLを加え、  
27 硝酸銀試液3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに  
28 希硝酸0.5mLを加えて振り混ぜても沈殿は溶けない。更にア  
29 ンモニア試液2mLを加えて振り混ぜるとき、溶ける。

30 融点 (2.60) 213~218℃

31 純度試験

32 (1) 硫酸塩 (1.14) 本品0.40gをとり、試験を行う。比較  
33 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.048%以下)。

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

37 (3) 類縁物質 本品50mgを移動相100mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
39 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
40 15μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
41 ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
42 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプロピペ  
43 リンに対する相対保持時間約0.28のピーク面積は、標準溶液  
44 のプロピペリンのピーク面積の3/10より大きくなく、試料  
45 溶液のプロピペリン及び上記以外のピーク的面積は、標準溶  
46 液のプロピペリンのピーク面積の1/10より大きくない。また、  
47 試料溶液のプロピペリン以外のピークの合計面積は、標

48 準溶液のプロピペリンのピーク面積の1/2より大きくない。

49 試験条件

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

52 面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロピペリンの保  
53 持時間の約2.5倍の範囲

54 システム適合性

55 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
56 えて正確に20mLとする。この液15μLから得たプロ  
57 ピペリンのピーク面積が、標準溶液のプロピペリンの  
58 ピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

59 システムの性能：標準溶液15μLにつき、上記の条件で  
60 操作するとき、プロピペリンのピークの理論段数及び  
61 シンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下  
62 である。

63 システムの再現性：標準溶液15μLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、プロピペリンのピーク面  
65 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

66 (4) 残留溶媒 別に規定する。

67 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

68 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

69 定量法 本品及びプロピペリン塩酸塩標準品を乾燥し、その約  
70 50mgずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確  
71 に100mLとする。これらの液10mLずつを正確に量り、それ  
72 ぞれに移動相を加えて正確に50mLとし、試料溶液及び標準  
73 溶液とする。試料溶液及び標準溶液15μLずつを正確にとり、  
74 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行  
75 い、それぞれの液のプロピペリンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を  
76 測定する。

77 プロピペリン塩酸塩(C<sub>23</sub>H<sub>29</sub>NO<sub>3</sub> · HCl)の量(mg)

78 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

79 M<sub>S</sub> : プロピペリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

80 試験条件

81 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

82 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
83 の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを  
84 充てんする。

85 カラム温度：40℃付近の一定温度

86 移動相：リン酸二水素カリウム2.21g及び1-オクタ  
87 スルホン酸ナトリウム1.51gを水650mLに溶かし、リン  
88 酸を加えてpH3.2に調整した液に、アセトニトリル  
89 350mLを加える。

90 流量：プロピペリンの保持時間が約17分になるように  
91 調整する。

92 システム適合性

93 システムの性能：標準溶液15μLにつき、上記の条件で  
94 操作するとき、プロピペリンのピークの理論段数及び  
95 シンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0以下  
96 である。

97 システムの再現性：標準溶液15μLにつき、上記の条件  
98 で試験を6回繰り返すとき、プロピペリンのピーク面  
99 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

2 プロピペリン塩酸塩

100 貯法 容器 気密容器.

# 1 プロピペリン塩酸塩錠

## 1 プロピペリン塩酸塩錠

2 Propiverine Hydrochloride Tablets

3 塩酸プロピペリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 プロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ : 403.94)を含む。

6 製法 本品は「プロピペリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロピペリン塩酸  
9 塩」50mgに対応する量を取り、水20mLを加えて激しく振  
10 り混ぜる。アセトニトリルを加えて100mLとした後、遠心  
11 分離し、必要ならば上澄液をろ過する。この液につき、紫外  
12 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定する  
13 とき、波長257~261nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「プロピ  
15 ペリン塩酸塩」50mgに対応する量を取り、移動相を加えて  
16 激しく振り混ぜた後、移動相を加えて100mLとする。この  
17 液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液1mL  
18 を正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶  
19 液とする。試料溶液及び標準溶液15 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
20 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
21 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  
22 定するとき、試料溶液のプロピペリンに対する相対保持時間  
23 約0.28のピーク面積は、標準溶液のプロピペリンのピーク面  
24 積の3/10より大きくなく、試料溶液のプロピペリン及び上  
25 記以外のピークの面積は、標準溶液のプロピペリンのピーク  
26 面積の1/5より大きくない。また、試料溶液のプロピペリ  
27 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロピペリンのピ  
28 ーク面積の7/10より大きくない。

29 試験条件

30 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「プロ  
31 ペリン塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

32 面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロピペリンの保  
33 持時間の約2.5倍の範囲

34 システム適合性

35 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
36 えて正確に20mLとする。この液15 $\mu$ Lから得たプロ  
37 ピペリンのピーク面積が、標準溶液のプロピペリンの  
38 ピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

39 システムの性能：標準溶液15 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
40 操作するとき、プロピペリンのピークの理論段数及び  
41 シンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下  
42 である。

43 システムの再現性：標準溶液15 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
44 で試験を6回繰り返すとき、プロピペリンのピーク面  
45 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

46 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  
47 き、適合する。

48 本品1個をとり、移動相を加えて激しく振り混ぜた後、  
49 1mL中にプロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )約0.1mgを  
50 含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする。こ  
51 の液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にプロピペ  
52 リン塩酸塩標準品を105°Cで1時間乾燥し、その約50mgを精

53 密に量り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液  
54 10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標  
55 準溶液とする。以下「プロピペリン塩酸塩」の定量法を準用  
56 する。

57 プロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$58 = M_S \times A_T / A_S \times V / 500$$

59  $M_S$ ：プロピペリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

60 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
61 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間  
62 の溶出率は85%以上である。

63 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
64 25mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
65 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
66 正確に量り、表示量に従い1mL中にプロピペリン塩酸塩  
67 ( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )約11 $\mu$ gを含む液となるように試験液を加  
68 えて正確にV' mLとする。この液15mLを正確に量り、  
69 0.1mol/L塩酸試液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別  
70 にプロピペリン塩酸塩標準品を105°Cで1時間乾燥し、その  
71 約28mgを精密に量り、試験液に溶かし、正確に100mLとす  
72 る。この液4mLを正確に量り、試験液を加えて正確に  
73 100mLとする。更にこの液15mLを正確に量り、0.1mol/L塩  
74 酸試液2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び  
75 標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
76 グラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のプロ  
77 ピペリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

78 プロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶  
79 出率(%)

$$80 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

81  $M_S$ ：プロピペリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

82 C：錠中のプロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )の表示  
83 量(mg)

84 試験条件

85 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

89 カラム温度：25°C付近の一定温度

90 移動相：0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸  
91 を加えてpH2.0に調整した液560mLに、アセトニト  
92 リル440mLを加える。

93 流量：プロピペリンの保持時間が約6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20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
97 操作するとき、プロピペリンのピークの理論段数及び  
98 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下  
99 である。

100 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
101 で試験を6回繰り返すとき、プロピペリンのピーク面  
102 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

103 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末

## 2 プロピペリン塩酸塩錠

104 とする。プロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )約50mgに対  
105 応する量を精密に量り、移動相を加えて激しく振り混ぜた  
106 後、移動相を加えて正確に100mLとする。この液を遠心分  
107 離し、上澄液10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
108 50mLとし、試料溶液とする。別にプロピペリン塩酸塩標準  
109 品を105°Cで1時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、移動  
110 相に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
111 り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。以  
112 下「プロピペリン塩酸塩」の定量法を準用する。

113 プロピペリン塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)  
114  $= M_s \times A_T / A_s$

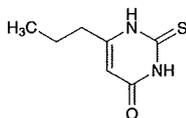
115  $M_s$ : プロピペリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

116 貯法 容器 気密容器。

# 1 プロピルチオウラシル

## 1 プロピルチオウラシル

2 Propylthiouracil



3

4  $C_7H_{10}N_2OS$  : 170.23

5 6-Propyl-2-thiouracil

6 [51-52-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

10 本品はエタノール(95)にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

12 本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

### 13 確認試験

14 (1) 本品0.02gに臭素試液7mLを加え、1分間よく振り混ぜ、試液の色が消えるまで加熱し、冷後、ろ過し、ろ液に水酸化バリウム試液10mLを加えるとき、白色の沈殿を生じ、沈殿は1分間以内に紫色に変わらない。

18 (2) 本品の熱飽和水溶液5mLにペンタシアノアンミン鉄(II)酸ナトリウムn水和物溶液(1→100)2mLを加えるとき、液は緑色を呈する。

21 融点 (2.60) 218~221°C

### 22 純度試験

23 (1) 硫酸塩 (1.14) 本品を乳鉢を用いて微細な粉末とし、その0.75gに水25mLを加え、水浴上で10分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ液が30mLとなるまで水で洗い、ろ液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(0.077%以下)。

29 (2) チオ尿素 本品0.30gに水50mLを加え、還流冷却器を付け、5分間加熱して溶かし、冷後、ろ過する。ろ液10mLにアンモニア試液3mLを加えてよく振り混ぜた後、硝酸銀試液2mLを加えるとき、液の色は次の比較液より濃くない。

34 比較液：チオ尿素60mgを正確に量り、水に溶かし正確に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、この液10mLをとり、以下同様に操作する。

38 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

39 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

40 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、水30mLを加え、ビュレットから0.1mol/L水酸化ナトリウム液30mLを加え、沸騰するまで加熱し、かき混ぜて溶かす。フラスコの壁に付いた固形物を少量の水で洗い込み、かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液50mLを加え、5分間穏やかに煮沸した後、プロモチモールブルー試液1~2mL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。

49 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=8.512mg  $C_7H_{10}N_2OS$

### 50 貯法

51 保存条件 遮光して保存する。

52 容器 密閉容器。

# 1 プロピルチオウラシル錠

## 1 プロピルチオウラシル錠

### 2 Propylthiouracil Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 プロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ : 170.23)を含む。

5 製法 本品は「プロピルチオウラシル」をとり、錠剤の製法に  
6 より製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロピルチオウラ  
8 シル」0.3gに対応する量をとり、アンモニア試液5mLを加  
9 え、時々振り混ぜながら5分間放置した後、水10mLを加  
10 えて遠心分離する。上澄液に酢酸(31)を加え、生じた沈殿をろ  
11 取し、水から再結晶し、105°Cで1時間乾燥するとき、その  
12 融点(2.60)は218~221°Cである。また、このものにつき、  
13 「プロピルチオウラシル」の確認試験を準用する。

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

16 本品1個をとり、溶出試験第2液3V/4mLを加え、錠剤が  
17 完全に崩壊するまで超音波処理した後、1mL中にプロピル  
18 チオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )約0.25mgを含む液となるように  
19 溶出試験第2液を加えて正確にV mLとする。この液を孔径  
20 0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液  
21 5mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、溶出試験第2液を  
22 加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。以下定量法を  
23 準用する。

24 プロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )の量(mg)  
25  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

26  $M_S$ : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量(mg)

27 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
28 ル法により、毎分75回転で試験を行うとき、本品の30分間  
29 の溶出率は80%以上である。

30 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
31 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
32 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
33 確に量り、表示量に従い1mL中にプロピルチオウラシル  
34 ( $C_7H_{10}N_2OS$ )約5.6 $\mu$ gを含む液となるように試験液を加えて  
35 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用プロピル  
36 チオウラシルを105°Cで3時間乾燥し、その約50mgを精密に  
37 量り、試験液に溶かして正確に1000mLとする。この液5mL  
38 を正確に量り、試験液を加えて50mL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274nmにおける吸光度 $A_T$ 及  
41 び $A_S$ を測定する。

42 プロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )の表示量に対する溶出率  
43 (%)

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

45  $M_S$ : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量(mg)

46 C: 1錠中のプロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )の表示量  
47 (mg)

48 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
49 とする。プロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )約50mgに対応

50 する量を精密に量り、溶出試験第2液150mLを加え、超音波  
51 処理により粒子を小さく分散させた後、溶出試験第2液を加  
52 えて正確に200mLとする。この液を孔径0.45 $\mu$ m以下のメン  
53 ブランフィルターでろ過し、初めのろ液5mLを除き、次の  
54 ろ液2mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に  
55 100mLとし、試料溶液とする。別に定量用プロピルチオウ  
56 ラシルを105°Cで2時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、  
57 溶出試験第2液に溶かして正確に200mLとする。この液2mL  
58 を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし、  
59 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  
60 光度測定法(2.24)により試験を行い、波長274nmにおける  
61 吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

62 プロピルチオウラシル( $C_7H_{10}N_2OS$ )の量(mg)  
63  $= M_S \times A_T / A_S$

64  $M_S$ : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量(mg)

### 65 貯法

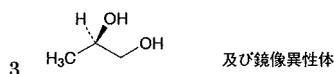
66 保存条件 遮光して保存する。

67 容器 密閉容器。

1 プロピレングリコール

1 プロピレングリコール

2 Propylene Glycol



4  $C_3H_8O_2$  : 76.09

5 (2*RS*)-Propane-1,2-diol

6 [57-55-6]

7 性状 本品は無色澄明の粘稠性のある液で、においはなく、味  
8 はわずかに苦い。

9 本品は水、メタノール、エタノール(95)又はピリジンと混  
10 和する。

11 本品はジエチルエーテルに溶けやすい。

12 本品は吸湿性である。

13 確認試験

14 (1) 本品2~3滴にトリフェニルクロロメタン0.7gを混和  
15 し、ピリジン1mLを加え、還流冷却器を付けて水浴上で1時  
16 間加熱する。冷後、アセトン20mLを加え、加温して溶かし、  
17 活性炭0.02gを加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液が約  
18 10mLとなるまで濃縮し、冷却する。析出した結晶をろ取し、  
19 デシケーター(シリカゲル)で4時間乾燥するとき、その融点  
20 (2.60) は174~178°Cである。

21 (2) 本品1mLに硫酸水素カリウム0.5gを加え、穏やかに  
22 加熱するとき、特異なにおいを発する。

23 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 1.035~1.040

24 純度試験

25 (1) 酸 本品10.0mLに新たに煮沸して冷却した水50mL  
26 を混和し、フェノールフタレイン試液5滴及び0.1mol/L水酸  
27 化ナトリウム液0.30mLを加えるとき、液は赤色である。

28 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
29 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.007%以下)。

30 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品10.0gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.002%以下)。

32 (4) 重金属 (1.07) 本品5.0gをとり、第1法により操作し、  
33 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以  
34 下)。

35 (5) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 (6) グリセリン 本品1.0gを硫酸水素カリウム0.5gに加え、  
38 加熱して蒸発乾固するとき、アクロレインのにおいを発しな  
39 い。

40 水分 (2.48) 0.5%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

41 強熱残分 (2.44) 本品約20gを質量既知のつぼに入れ、その  
42 質量を精密に量り、加熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに  
43 点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸0.2mLで潤し、恒量に  
44 なるまで注意して強熱するとき、残留物の量は0.005%以下  
45 である。

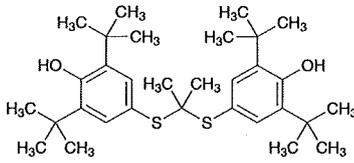
46 蒸留試験 (2.57) 184~189°C, 95vol%以上。

47 貯法 容器 気密容器。

# 1 プロブコール

## 1 プロブコール

### 2 Probuacol



4 C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub> : 516.84

5 4,4'-[Propan-2,2-diylbis(sulfandiyl)]bis[2,6-bis(1,1-

6 dimethylethyl)phenol]

7 [23288-49-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、プロブコール  
9 (C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品はテトラヒドロフランに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

14 本品は光によって徐々に淡黄色となる。

### 15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロブコール標準  
19 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  
20 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸  
21 収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトル又はプロブコール標準品のスペクトルを  
25 比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様  
26 の強度の吸収を認める。

27 融点(2.60) 125~128°C

### 28 純度試験

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

32 (2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品  
33 0.40gをエタノール(99.5)5mLに溶かし、移動相を加えて  
34 20mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移  
35 動相を加えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、  
36 移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
37 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  
38 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液  
39 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  
40 溶液のプロブコールに対する相対保持時間約0.9のピーク面  
41 積は、標準溶液のプロブコールのピーク面積より大きくなく、  
42 試料溶液のプロブコールに対する相対保持時間約1.9のピー  
43 ク面積は、標準溶液のプロブコールのピーク面積の25倍よ  
44 り大きくない。また、試料溶液のプロブコール及び上記のピ  
45 ーク以外のピークの面積は、標準溶液のプロブコールのピ  
46 ク面積の5倍より大きくない。更に、試料溶液のプロブコー  
47 ル以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロブコールのピ

48 ーク面積の50倍より大きくない。ただし、プロブコールに  
49 対する相対保持時間約0.9及び約1.9のピーク面積はそれぞれ  
50 感度係数1.2及び1.4を乗じて補正する。

### 51 試験条件

52 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量  
53 法の試験条件を準用する。

54 面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロブコールの保  
55 持時間の約3倍の範囲。ただし、プロブコールに対す  
56 る相対保持時間約0.5のピークを除く。

### 57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
59 えて正確に10mLとする。この液5μLから得たプロブ  
60 コールのピーク面積が、標準溶液のプロブコールのピ  
61 ーク面積の14~26%になることを確認する。

62 システムの性能：試料溶液1mLに移動相を加えて50mL  
63 とする。この液1mLにフタル酸ビス(シス-3,3,5-トリ  
64 リメチルシクロヘキシル)の移動相溶液(1→1000)1mL、  
65 エタノール(99.5)5mL及び移動相を加えて20mLとす  
66 る。この液5μLにつき、上記の条件で操作するとき、  
67 フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシクロヘキシ  
68 ル)、プロブコールの順に溶出し、その分離度は6以上  
69 である。

70 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
71 試験を6回繰り返すとき、プロブコールのピーク面積  
72 の相対標準偏差は5%以下である。

73 (3) 残留溶媒 別に規定する。

74 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 80°C, 1時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

76 定量法 本品及びプロブコール標準品を乾燥し、その約60mg  
77 ずつを精密に量り、それぞれをテトラヒドロフラン5mLに  
78 溶かし、移動相を加えて正確に50mLとする。これらの液  
79 5mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5mLを正確  
80 に加えた後、移動相を加えて100mLとし、試料溶液及び標  
81 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条  
82 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内  
83 標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の  
84 比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

85 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

86 M<sub>S</sub>：プロブコール標準品の秤取量(mg)

87 内標準溶液 フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシク  
88 ロヘキシル)0.2gをテトラヒドロフラン1mLに溶かし、  
89 移動相を加えて50mLとする。

### 90 試験条件

91 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：242nm)

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

95 カラム温度：40°C付近の一定温度

96 移動相：アセトニトリル/水混液(93：7)

97 流量：プロブコールの保持時間が約13分になるように  
98 調整する。

### 99 システム適合性

## 2 プロブコール

- 100 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
101 操作するとき，内標準物質，プロブコールの順に溶出  
102 し，その分離度は6以上である。  
103 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
104 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積  
105 に対するプロブコールのピーク面積の比の相対標準偏  
106 差は1.0%以下である。
- 107 貯法
- 108 保存条件 遮光して保存する。
- 109 容器 気密容器。

# 1 プロブコール細粒

## 1 プロブコール細粒

### 2 Probuco Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>: 516.84)を含む。

5 製法 本品は「プロブコール」をとり、顆粒剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロブコール」  
8 50mgに対応する量を取り、メタノール100mLを加えて振り  
9 混ぜた後、ろ過する。ろ液2mLをとり、メタノールを加え  
10 て100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
11 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長240~  
12 244nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、メタノール  
16 70mLを加え、よく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確  
17 に100mLとする。この液を遠心分離し、プロブコール  
18 (C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)約5mgに対応する上澄液V mLを正確に量り、  
19 内標準溶液5mLを正確に加え、メタノールを加えて100mL  
20 とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

21 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)の量(mg)

$$22 = M_s \times Q_T / Q_S \times 10 / V$$

23  $M_s$ : プロブコール標準品の秤取量(mg)

24 内標準溶液 フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシク  
25 ロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

26 粒度 (6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。

27 定量法 本品を粉末とし、プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)約0.25g  
28 に対応する量を精密に量り、メタノール70mLを加え、よく  
29 振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に100mLとする。  
30 この液を遠心分離し、上澄液2mLを正確に量り、内標準溶  
31 液5mLを正確に加え、メタノールを加えて100mLとし、試  
32 料溶液とする。別にプロブコール標準品を80℃で1時間減圧  
33 乾燥し、その約50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
34 正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液  
35 5mLを正確に加え、メタノールを加えて100mLとし、標準  
36 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件  
37 で液体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、内標  
38 準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比  
39  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

40 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)の量(mg)= $M_s \times Q_T / Q_S \times 5$

41  $M_s$ : プロブコール標準品の秤取量(mg)

42 内標準溶液 フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシク  
43 ロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

44 試験条件

45 検出器、カラム温度、移動相及び流量は「プロブコー  
46 ル」の定量法の試験条件を準用する。

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

50 システム適合性

51 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
52 操作するとき、内標準物質、プロブコールの順に溶出  
53 し、その分離度は3以上である。

54 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
55 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
56 に対するプロブコールのピーク面積の比の相対標準偏  
57 差は1.0%以下である。

58 貯法 容器 密閉容器。

## 1 プロブコール錠

### 1 プロブコール錠

#### 2 Probuco 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 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>: 516.84)を含む。

5 製法 本品は「プロブコール」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロブコール」  
8 50mgに対応する量を取り、メタノール100mLを加えて振り  
9 混ぜた後、ろ過する。ろ液2mLをとり、メタノールを加え  
10 て100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
11 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長240～  
12 244nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、メタノールを加えて崩壊するまで振り混  
16 ぜた後、1mL中にプロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)約2.5mgを含む  
17 液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとする。こ  
18 の液を遠心分離し、上澄液2mLを正確に量り、内標準溶液  
19 5mLを正確に加え、メタノールを加えて100mLとし、試料  
20 溶液とする。以下定量法を準用する。

21 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)の量(mg)  
22  $= M_s \times Q_T / Q_s \times V / 20$

23  $M_s$ : プロブコール標準品の秤取量(mg)

24 内標準溶液 フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシク  
25 ロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

26 崩壊性 (6.09) 試験を行うとき、適合する。

27 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
28 とする。プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)約0.25gに対応する量を  
29 精密に量り、メタノール70mLを加え、よく振り混ぜた後、  
30 メタノールを加えて正確に100mLとする。この液を遠心分  
31 離し、上澄液2mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に  
32 加え、メタノールを加えて100mLとし、試料溶液とする。  
33 別にプロブコール標準品を80℃で1時間減圧乾燥し、その約  
34 50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLと  
35 する。この液2mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に  
36 加え、メタノールを加えて100mLとし、標準溶液とする。  
37 試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマ  
38 トグラフィー (2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
39 ク面積に対するプロブコールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を  
40 求める。

41 プロブコール(C<sub>31</sub>H<sub>48</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)の量(mg)  $= M_s \times Q_T / Q_s \times 5$

42  $M_s$ : プロブコール標準品の秤取量(mg)

43 内標準溶液 フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシク  
44 ロヘキシル)のメタノール溶液(1→250)

45 試験条件

46 検出器、カラム温度、移動相及び流量は「プロブコ  
47 ル」の定量法の試験条件を準用する。

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

リカゲルを充てんする。

51 システム適合性

52 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
53 操作するとき、内標準物質、プロブコールの順に溶出  
54 し、その分離度は3以上である。

55 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
56 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
57 に対するプロブコールのピーク面積の比の相対標準偏  
58 差は1.0%以下である。

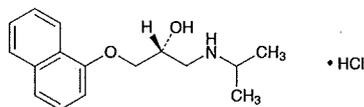
59 貯法 容器 密閉容器。

# 1 プロプラノロール塩酸塩

## 1 プロプラノロール塩酸塩

2 Propranolol Hydrochloride

3 塩酸プロプラノロール



4 及び鏡像異性体

5  $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ : 295.80

6 (2*RS*)-1-(1-Methylethyl)amino-3-(naphthalen-

7 1-yloxy)propan-2-ol monohydrochloride

8 [318-98-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プロプラノロール塩  
10 酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

14 本品のメタノール溶液(1→40)は旋光性を示さない。

15 本品は光によって徐々に帯黄白色~淡褐色になる。

### 16 確認試験

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

22 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル法(2.25)の塩化  
23 カ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  
24 の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一  
25 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
27 呈する。

28 pH(2.54) 本品0.5gを水50mLに溶かした液のpHは5.0~  
29 6.0である。

30 融点(2.60) 163~166°C

### 31 純度試験

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

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

37 (3) 類縁物質 本品20mgを移動相10mLに溶かし、試料  
38 溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正  
39 確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加  
40 えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
41 溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
42 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピ  
43 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプロ  
44 プラノロール以外のピークの面積は、標準溶液のプロプラノ  
45 ロールのピーク面積の1/2より大きくない。また、試料溶  
46 液のプロプラノロール以外のピークの合計面積は、標準溶液  
47 のプロプラノロールのピーク面積の2倍より大きくない。

48 試験条件

49 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 292nm)

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

53 カラム温度: 25°C付近の一定温度

54 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.6g及びリン酸テトラ  
55 プチルアンモニウム0.31gを水450mLに溶かし、硫酸  
56 1mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
57 550mLを加えた後、2mol/L水酸化ナトリウム試液を  
58 加えてpH3.3に調整する。

59 流量: プロプラノロールの保持時間が約4分になるよう  
60 に調整する。

61 面積測定範囲: プロプラノロールの保持時間の約5倍の  
62 範囲

63 システム適合性

64 検出の確認: 標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
65 えて正確に20mLとする。この液20μLから得たプロ  
66 プラノロールのピーク面積が、標準溶液のプロプラノ  
67 ロールのピーク面積の17~33%になることを確認す  
68 る。

69 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
70 操作するとき、プロプラノロールのピークの理論段数  
71 及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0  
72 以下である。

73 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、プロプラノロールのピー  
75 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

77 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

78 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
79 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
80 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
81 補正する。

82 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.58mg  $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$

### 83 貯法

84 保存条件 遮光して保存する。

85 容器 密閉容器。

# 1 プロプラノロール塩酸塩錠

## 1 プロプラノロール塩酸塩錠

2 Propranolol Hydrochloride Tablets

3 塩酸プロプラノロール錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 プロプラノロール塩酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ : 295.80)を含む。  
6 製法 本品は「プロプラノロール塩酸塩」をとり、錠剤の製法  
7 により製する。

8 確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定  
9 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長288~  
10 292nm及び317~321nmに吸収の極大を示す。

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

13 本品1個をとり、水20mLを加えて錠剤が完全に崩壊する  
14 までよく振り混ぜる。次にメタノール50mLを加えて10分間  
15 激しく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に100mLと  
16 し、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液V mLを  
17 正確に量り、1mL中にプロプラノロール塩酸塩  
18 ( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )約20 $\mu$ gを含む液となるようにメタノール  
19 を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
20 塩酸プロプラノロールを105°Cで4時間乾燥し、その約50mg  
21 を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。  
22 この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に  
23 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
24 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
25 290nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

26 プロプラノロール塩酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )の量(mg)  
27  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 25$

28  $M_S$ : 定量用塩酸プロプラノロールの秤取量(mg)

29 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
30 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
31 80%以上である。

32 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
33 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
34 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
35 正確に量り、表示量に従い1mL中にプロプラノロール塩酸  
36 塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )約10 $\mu$ gを含む液となるように水を加え  
37 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プ  
38 ロプラノロールを105°Cで4時間乾燥し、その約50mgを精密  
39 に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液1mLを正  
40 確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
41 試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
42 (2.24)により試験を行い、波長290nmにおける吸光度 $A_T$ 及  
43 び $A_S$ を測定する。

44 プロプラノロール塩酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )の表示量に対す  
45 る溶出率(%)

46  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

47  $M_S$ : 定量用塩酸プロプラノロールの秤取量(mg)

48 C: 1錠中のプロプラノロール塩酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )の  
49 表示量(mg)

50 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
51 とする。プロプラノロール塩酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )約20mg  
52 に対応する量を精密に量り、メタノール60mLを加えて10分  
53 間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に100mLとし、  
54 ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液10mLを正確  
55 に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、試料溶液  
56 とする。別に定量用塩酸プロプラノロールを105°Cで4時間  
57 乾燥し、その約50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
58 正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノール  
59 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
60 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試  
61 験を行い、波長290nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

62 プロプラノロール塩酸塩( $C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )の量(mg)  
63  $=M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$

64  $M_S$ : 定量用塩酸プロプラノロールの秤取量(mg)

65 貯法

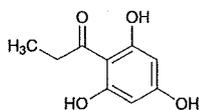
66 保存条件 遮光して保存する。

67 容器 密閉容器。

# 1 フロプロピオン

## 1 フロプロピオン

2 Flopropione



4  $C_9H_{10}O_4$  : 182.17

5 1-(2,4,6-Trihydroxyphenyl)propan-1-one

6 [2295-58-1]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フロプロピ  
8 オン( $C_9H_{10}O_4$ )98.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄褐色の結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、  
11 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  
12 ど溶けない。

### 13 確認試験

14 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→200000)につき、紫  
15 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
16 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
17 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
18 認める。

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

23 融点(2.60) 177~181°C

### 24 純度試験

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

28 (2) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
29 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
30 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
31 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
32 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
33 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフロプロ  
34 ピオン以外のピークの面積は、標準溶液のフロプロピオンの  
35 ピーク面積の1/10より大きくない。

### 36 試験条件

37 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：267nm)

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

41 カラム温度：35°C付近の一定温度

42 移動相：アセトニトリル/水/リン酸混液(114 : 86 :  
43 1)

44 流量：フロプロピオンの保持時間が約3分になるように  
45 調整する。

46 面積測定範囲：フロプロピオンの保持時間の約7倍の範  
47 囲

48 システム適合性

49 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
50 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たフロ  
51 プロピオンのピーク面積が、標準溶液のフロプロピオ  
52 ンのピーク面積の7~13%になることを確認する。

53 システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル25mgをア  
54 セトニトリル30mLに溶かし、移動相を加えて50mL  
55 とする。この液2.5mLに試料溶液2mLを加え、移動  
56 相を加えて50mLとする。この液20μLにつき、上記  
57 の条件で操作するとき、フロプロピオン、パラオキシ  
58 安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度は2.0以上  
59 である。

60 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
61 で試験を6回繰り返すとき、フロプロピオンのピーク  
62 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

63 水分(2.48) 4.0%以下(0.5g、容量滴定法、直接滴定)。

64 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

65 定量法 本品約0.3gを精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミ  
66 ド30mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒド  
67 ロキシド液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で  
68 空試験を行い、補正する。

69 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
70 = 18.22mg  $C_9H_{10}O_4$

### 71 貯法

72 保存条件 遮光して保存する。

73 容器 気密容器。

# 1 フロプロピオンカプセル

## 1 フロプロピオンカプセル

### 2 Flopropione Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 フロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>: 182.17)を含む。

5 製法 本品は「フロプロピオン」をとり、カプセル剤の製法に  
6 より製する。

### 7 確認試験

8 (1) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い  
9 「フロプロピオン」60mgに対応する量を取り、水40mLを  
10 加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLに硝酸鉄(III)  
11 試液1mLを加えるとき、液は赤紫色を呈する。

12 (2) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い  
13 「フロプロピオン」90mgに対応する量を取り、エタノール  
14 (99.5)100mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液  
15 5mLにエタノール(99.5)を加えて50mLとする。この液5mL  
16 にエタノール(99.5)を加えて100mLとし、試料溶液とする。  
17 試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
18 スペクトルを測定するとき、波長283~287nmに吸収の極大  
19 を示す。

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

22 本品1個をとり、水/リン酸混液(86:1)43mLを加え、  
23 50℃の水浴中で崩壊させる。冷後、表示量に従い1mL中に  
24 フロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)0.4mgを含む液になるようにアセ  
25 トニトリルを加えて正確にV mLとする。この液を10分間か  
26 き混ぜた後、その一部をとり、毎分3000回転で5分間遠心分  
27 離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

28 フロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)  
29  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

30  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量  
31 (mg)

32 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、シンカーを使用し  
33 て、パドル法により、毎分100回転で試験を行うとき、本品  
34 の45分間の溶出率は80%以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
37 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
38 正確に量り、表示量に従い1mL中にフロプロピオン  
39 (C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)約8.8μgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を  
40 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用フ  
41 ロプロピオン(別途「フロプロピオン」と同様の方法で水分  
42 (2.48)を測定しておく)約22mgを精密に量り、メタノール  
43 に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、  
44 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液と  
45 する。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L塩酸試液を  
46 対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
47 波長284nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

48 フロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
49  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

50  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量

51 (mg)

52 C: 1カプセル中のフロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

53 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
54 を精密に量り、粉末とする。フロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)約  
55 40mgに対応する量を精密に量り、移動相を加えて正確に  
56 100mLとする。この液を10分間かき混ぜた後、その一部を  
57 とり、毎分3000回転で5分間遠心分離し、上澄液を試料溶液  
58 とする。別に定量用フロプロピオン(別途「フロプロピオン  
59 」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約40mgを  
60 精密に量り、移動相70mLを加え、10分間超音波を照射して  
61 溶かした後、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液  
62 とする。試料溶液及び標準溶液5μLずつを正確にとり、次の  
63 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
64 それぞれの液のフロプロピオンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
65 定する。

66 フロプロピオン(C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

67  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量  
68 (mg)

### 69 試験条件

70 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 267nm)

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

74 カラム温度: 35℃付近の一定温度

75 移動相: アセトニトリル/水/リン酸混液(114: 86:  
76 1)

77 流量: フロプロピオンの保持時間が約3分になるように  
78 調整する。

### 79 システム適合性

80 システムの性能: フロプロピオン50mgを移動相50mL  
81 に溶かす。この液20mLをとり、別にパラオキシ安息  
82 香酸エチル25mgを量り、アセトニトリル30mLに溶  
83 かし、水を加えて50mLとした液25mLを加えた後、  
84 移動相を加えて50mLとする。この液5μLにつき、上  
85 記の条件で操作するとき、フロプロピオン、パラオキ  
86 シ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度は2.0以  
87 上である。

88 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
89 試験を6回繰り返すとき、フロプロピオンのピーク面  
90 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

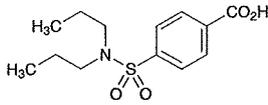
91 貯法 容器 気密容器。

1 プロベネシド

49 貯法 容器 密閉容器.

1 プロベネシド

2 Probenecid



4  $C_{13}H_{19}NO_4S$  : 285.36

5 4-(Dipropylaminosulfonyl)benzoic acid

6 [57-66-9]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、プロベネシド

8 ( $C_{13}H_{19}NO_4S$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
10 味は初めわずかに苦く、後に不快な苦みになる。

11 本品はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど  
12 溶けない。

13 本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

14 融点：198～200℃

15 確認試験

16 (1) 本品を強熱するとき、二酸化イオウのにおいを発する。

17 (2) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき、紫外  
18 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロベネシド  
20 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  
21 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
22 の吸収を認める。

23 純度試験

24 (1) 酸 本品2.0gに水100mLを加え、時々振り混ぜなが  
25 ら水浴上で30分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液にフェノ  
26 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  
27 0.50mLを加えるとき、液の色は赤色である。

28 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水100mL及び硝酸1mLを  
29 加え、時々振り混ぜながら水浴上で30分間加熱する。冷後、  
30 必要ならば水を加えて100mLとし、ろ過する。ろ液50mLを  
31 検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mL  
32 を加える(0.021%以下)。

33 (3) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gに水100mL及び塩酸1mLを  
34 加え、時々振り混ぜながら水浴上で30分間加熱する。冷後、  
35 必要ならば水を加えて100mLとし、ろ過する。ろ液50mLを  
36 検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.40mL  
37 を加える(0.038%以下)。

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

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

43 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

44 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

45 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、中和エタノ  
46 ール50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
47 (2.50)する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)。

48 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=28.54mg  $C_{13}H_{19}NO_4S$

# 1 プロベネシド錠

## 1 プロベネシド錠

### 2 Probenecid 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 プロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S : 285.36)を含む。

5 製法 本品は「プロベネシド」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

### 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロベネシド」0.5g  
9 に対応する量を取り、エタノール(99.5)50mL及び1mol/L塩酸  
10 試液1mLを加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸  
11 発し、約20mLとする。冷後、析出した結晶をろ取り、希エ  
12 タノール50mLから再結晶し、105℃で4時間乾燥するとき、  
13 その融点(2.60)は196~200℃である。また、このものにつ  
14 き、「プロベネシド」の確認試験(1)を準用する。

15 (2) (1)の乾燥した結晶のエタノール(99.5)溶液(1→50000)  
16 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト  
17 ルを測定し、本品のスペクトルと「プロベネシド」の参照ス  
18 pektル又はプロベネシド標準品について同様に操作して得  
19 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  
20 波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

23 本品1個をとり、水30mL及び1mol/L塩酸試液2mLを加え、  
24 時々振り混ぜながら超音波処理を行い、錠剤を完全に崩壊さ  
25 せた後、エタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする。こ  
26 の液を遠心分離し、上澄液3mLを正確に量り、1mol/L塩酸  
27 試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする。  
28 この液5mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて1mL中  
29 にプロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)約15μgを含む液となるように  
30 正確にV mLとし、試料溶液とする。別にプロベネシド標準  
31 品を105℃で4時間乾燥し、その約0.125gを精密に量り、水  
32 15mL、1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて  
33 溶かし、正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、  
34 1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に  
35 50mLとする。この液5mLを正確に量り、エタノール(99.5)  
36 を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
37 標準溶液につき、0.1mol/L塩酸試液1mLにエタノール(99.5)  
38 を加えて正確に50mLとした液を対照とし、紫外可視吸光度  
39 測定法(2.24)により試験を行い、波長248nmにおける吸光  
40 度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

41 プロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)の量(mg)

$$42 = M_S \times A_T / A_S \times V / 25$$

43 M<sub>S</sub> : プロベネシド標準品の秤取量(mg)

44 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
45 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間  
46 の溶出率は80%以上である。

47 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
48 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
49 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
50 確に量り、表示量に従い1mL中にプロベネシド  
51 (C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)約14μgを含む液となるように試験液を加えて

52 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にプロベネシド標  
53 準品を105℃で4時間乾燥し、その約70mgを精密に量り、  
54 試験液に溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確  
55 に量り、試験液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。  
56 試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
57 (2.24)により試験を行い、波長244nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
58 びA<sub>S</sub>を測定する。

59 プロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

$$60 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

61 M<sub>S</sub> : プロベネシド標準品の秤取量(mg)

62 C : 1錠中のプロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)の表示量(mg)

63 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
64 とする。プロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)約0.25gに対応する量を  
65 精密に量り、水30mL及び1mol/L塩酸試液2mLを加えて振り  
66 混ぜた後、エタノール(99.5)30mLを加え、超音波処理によ  
67 り分散させた後、エタノール(99.5)を加えて正確に100mLと  
68 する。この液を遠心分離し、上澄液3mLを正確に量り、  
69 1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に  
70 50mLとする。この液5mLを正確に量り、エタノール(99.5)  
71 を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にプロベネ  
72 シド標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.125gを精密に  
73 量り、水15mL及び1mol/L塩酸試液1mLを加え、更にエタノ  
74 ール(99.5)を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液  
75 3mLを正確に量り、1mol/L塩酸試液1mL及びエタノール  
76 (99.5)を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量  
77 り、エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとし、標準溶液  
78 とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L塩酸試液  
79 1mLにエタノール(99.5)を加えて正確に50mLとした液を対  
80 照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
81 波長248nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

82 プロベネシド(C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>4</sub>S)の量(mg) = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub> × 2

83 M<sub>S</sub> : プロベネシド標準品の秤取量(mg)

84 貯法 容器 密閉容器。

1 ブロマゼパム

1 ブロマゼパム

2 Bromazepam



3

4  $C_{14}H_{10}BrN_3O$  : 316.15

5 7-Bromo-5-(pyridin-2-yl)-1,3-dihydro-2H-1,4-

6 benzodiazepin-2-one

7 [1812-30-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ブロマゼパム

9 ( $C_{14}H_{10}BrN_3O$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノール、エタノール

12 (99.5)又はアセトンに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 融点：約245°C(分解)。

14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→200000)につき、紫  
16 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
19 認める。

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

24 純度試験

25 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gを白金るつぼにとり、第4法  
26 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
27 える(20ppm以下)。

28 (2) 類縁物質 本品50mgをアセトン/メタノール混液  
29 (3:2)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確  
30 に量り、アセトン/メタノール混液(3:2)を加えて正確に  
31 50mLとする。この液5mLを正確に量り、アセトン/メタノ  
32 ール混液(3:2)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。  
33 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
34 試験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつを薄層クロマ  
35 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  
36 層板にスポットする。次に酢酸エチル/アンモニア水(28)/  
37 エタノール(99.5)混液(38:1:1)を展開溶媒として約12cm展  
38 開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)  
39 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  
40 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  
41 ットより濃くない。

42 乾燥減量(2.41) 0.20%以下(1g, 105°C, 4時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
45 (100)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
46 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

47 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.62mg  $C_{14}H_{10}BrN_3O$

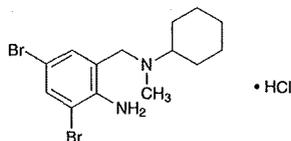
48 貯法 容器 密閉容器。

# 1 ブロムヘキシン塩酸塩

## 1 ブロムヘキシン塩酸塩

2 Bromhexine Hydrochloride

3 塩酸ブロムヘキシン



4  $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$  : 412.59

5 2-Amino-3,5-dibromo-N-cyclohexyl-N-

6 methylbenzylamine monohydrochloride

7 [611-75-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ブロムヘキシン塩酸塩( $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、

11 水又はエタノール(95)に溶けにくい。

12 本品の飽和水溶液のpHは3.0~5.0である。

13 融点：約239°C(分解)。

### 14 確認試験

15 (1) 本品3mgを0.01mol/L塩酸試液に溶かし、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。

16 (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。

17 (3) 本品1gに水20mLを加え、よく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液3mLを加え、ジエチルエーテル20mLずつで4回抽出する。水層をとり、希硝酸で中和した液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

### 18 純度試験

19 (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)。

20 (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、移動相を加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、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、試料溶液のブロムヘキシン以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のブロムヘキシンのピーク面積より大きくない。

### 21 操作条件

22 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

23 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

24 ル化シリカゲルを充てんする。

25 カラム温度：40°C付近の一定温度

26 移動相：リン酸二水素カリウム1.0gを900mLの水に溶かし、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液を加えてpH7.0に調整し、水を加えて1000mLとする。この液200mLをとり、アセトニトリル800mLを加える。

27 流量：ブロムヘキシンの保持時間が約6分になるように調整する。

28 カラムの選定：硫酸バメタン0.05gに試料溶液0.5mLを加え、移動相に溶かし10mLとする。この液5μLにつき、上記の条件で操作するとき、バメタン、ブロムヘキシンの順に溶出し、その分離度が7以上のものを用いる。

29 検出感度：標準溶液5μLから得たブロムヘキシンのピーク高さが5~15mmになるように調整する。

30 面積測定範囲：溶媒のピークの後からブロムヘキシンの保持時間の約2倍の範囲

31 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

32 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

33 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60mLを加え、50°Cの水浴中で15分間加温し、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。

34 0.1mol/L過塩素酸1mL=41.26mg  $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$

### 35 貯法

36 保存条件 遮光して保存する。

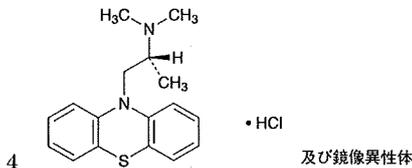
37 容器 密閉容器。

1 プロメタジン塩酸塩

1 プロメタジン塩酸塩

2 Promethazine Hydrochloride

3 塩酸プロメタジン



5 C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S • HCl : 320.88

6 (2*RS*)-*N,N*-Dimethyl-1-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propan-

7 2-ylamine monohydrochloride

8 [58-33-3]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、プロメタジン塩酸塩  
10 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S • HCl)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～淡黄色の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸  
13 (100)に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、ジエチル  
14 エーテルにほとんど溶けない。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 本品の水溶液(1→25)は旋光性を示さない。

17 融点：約223°C(分解)。

18 確認試験

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

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

27 (3) 本品0.5gを水5mLに溶かし、アンモニア試液2mLを  
28 加えてろ過する。ろ液5mLに希硝酸を加えて酸性にした液  
29 は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

30 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.0～  
31 5.5である。

32 純度試験

33 (1) 溶状 本操作は、光を避けて行う。本品1.0gを水  
34 10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

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

38 (3) 類縁物質 本操作は、直射日光を避けて行う。本品  
39 0.10gをとり、エタノール(95)5mLを正確に加えて溶かし、  
40 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
41 を加えて正確に200mLとし、標準溶液(1)とする。別に薄層  
42 クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン20mgをとり、  
43 エタノール(95)に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液(2)  
44 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
45 (2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準  
46 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  
47 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

48 タノール/ジエチルアミン混液(19：1)を展開溶媒として約  
49 12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
50 254nm)を照射するとき、標準溶液(2)から得たスポットに対  
51 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  
52 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  
53 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  
54 ない。

55 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
58 酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
59 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
60 補正する。

61 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.09mg C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S • HCl

62 貯法

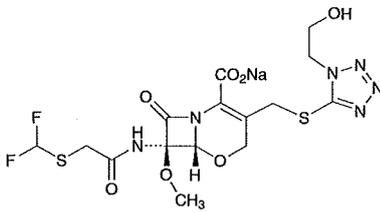
63 保存条件 遮光して保存する。

64 容器 気密容器。

1 フロモキシセフナトリウム

1 フロモキシセフナトリウム

2 Flomoxef Sodium



3

4 C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>NaO<sub>7</sub>S<sub>2</sub> : 518.45

5 Monosodium(6*R*,7*R*)-7-

6 {[[(difluoromethylsulfanyl)acetyl]amino]-

7 3-[1-(2-hydroxyethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-

8 7-methoxy-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-

9 2-carboxylate

10 [92823-03-5]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり870~  
12 985μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、フロモキシセフ  
13 (C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub> : 496.47)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色~淡黄白色の粉末又は塊である。

15 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
16 エタノール(99.5)にやや溶けにくい。

17 確認試験

18 (1) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
19 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
20 法(1.06)により分解する。この検液2mLにアリザリンコン  
21 プレキソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸  
22 セリウム(III)試液の混液(1:1:1)1.5mLを加えるとき、液は  
23 青紫色を呈する。

24 (2) 本品の水溶液(3→10000)につき、紫外可視吸光度測  
25 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
26 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
27 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

32 (4) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)  
33 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  
34 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  
35 共鳴スペクトル測定法(2.21)により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ  
36 3.5ppm付近に単一線のシグナルAを、δ 3.7ppm付近に単一  
37 線又は鋭い多重線のシグナルBを、δ 5.2ppm付近に単一線  
38 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  
39 ぼ3:2:1である。

40 (5) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

41 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -8~-13°(脱水物に換算した1g,  
42 水/エタノール(99.5)混液(4:1), 50mL, 100mm)。

43 pH(2.54) 本品0.5gを水5mLに溶かした液のpHは4.0~5.5  
44 である。

45 純度試験

46 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
47 液の色は次の比較液より濃くない。

48 比較液 : 塩化コバルト(II)の色と比較原液3.0mL及び塩化  
49 鉄(III)の色と比較原液12mLの混液に薄めた希塩酸(1→  
50 10)35mLを加えた液5.0mLをとり、薄めた希塩酸(1→  
51 10)5.0mLを加える。

52 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gを石英製のろつぼにとり、  
53 第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液  
54 2.0mLを加える(20ppm以下)。

55 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gに硫酸5mL及び硝酸5mLを加  
56 え、注意して加熱する。液が無色~淡黄色となるまで時々硝  
57 酸2mLを加えながら加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモ  
58 ニウム試液10mLを加え、白煙が発生するまで加熱濃縮して  
59 2~3mLとする。冷後、水を加えて10mLとした液を検液と  
60 し、試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

61 標準色 : 本品を用いないで同様に操作した後、この液  
62 10mLを発生瓶に入れ、ヒ素標準液2mLを正確に加え、  
63 以下検液と同様に操作する(2ppm以下)。

64 (4) 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-  
65 チオール 定量法の試料溶液を試料溶液とする。別に1-(2-  
66 ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール約  
67 20mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
68 の液5mLを正確に量り、内標準溶液25mLを正確に加え、水  
69 を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
70 液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
71 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する1-(2-  
72 ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの  
73 ピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。1-(2-ヒドロキシエ  
74 チル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量は、脱水物に  
75 換算した本品の1.0%以下である。

76 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール  
77 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>N<sub>4</sub>OS)の量(mg)  
78 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 1/10

79 M<sub>S</sub> : 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-  
80 チオールの秤取量(mg)

81 内標準溶液 m-クレゾール溶液(3→1000)

82 試験条件

83 定量法の試験条件を準用する。

84 システム適合性

85 定量法のシステム適合性を準用する。

86 水分(2.48) 1.5%以下(0.5g, 容量滴定法, 逆滴定)。

87 定量法 本品及びフロモキシセフトリエチルアンモニウム標準品  
88 約50mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれに内標  
89 準溶液50mLを正確に加えて溶かし、水を加えて100mLとし、  
90 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  
91 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
92 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフロモキシセフ  
93 のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

94 フロモキシセフ(C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>)の量[μg(力価)]  
95 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 1000

96 M<sub>S</sub> : フロモキシセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取

## 2 フロモキシセフナトリウム

97 量[mg(力価)]

98 内標準溶液 *m*-クレゾール溶液(3→1000)

99 試験条件

100 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

101 カラム：内径4mm，長さ20cmのステンレス管に5～

102 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

103 ル化シリカゲルを充てんする。

104 カラム温度：25℃付近の一定温度

105 移動相：リン酸二水素カリウム6.94g，リン酸水素二ナ

106 トリウム十二水和物3.22g及び臭化テトラ*n*-ブチル

107 アンモニウム1.60gを水に溶かし，1000mLとする。

108 この液750mLにメタノール250mLを加える。

109 流量：フロモキシセフの保持時間が約9分になるように調

110 整する。

111 システム適合性

112 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操

113 作するとき，フロモキシセフ，内標準物質の順に溶出し，

114 その分離度は10以上である。

115 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で

116 試験を3回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に

117 対するフロモキシセフのピーク面積の比の相対標準偏差

118 は1.0%以下である。

119 貯法

120 保存条件 5℃以下で保存する。

121 容器 気密容器。

# 1 注射用フロモキシセフナトリウム

## 1 注射用フロモキシセフナトリウム

### 2 Flomoxef Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0~110.0%に  
5 対応するフロモキシセフ(C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>: 496.47)を含む。

6 製法 本品は「フロモキシセフナトリウム」をとり、注射剤の製  
7 法により製する。

8 性状 本品は白色~淡黄白色の軽質の塊又は粉末である。

9 確認試験 本品につき、「フロモキシセフナトリウム」の確認試  
10 験(3)を準用する。

11 pH (2.54) 本品の表示量に従い「フロモキシセフナトリウ  
12 ム」0.5g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは  
13 4.0~5.5である。

#### 14 純度試験

15 (1) 溶状 本品の表示量に従い「フロモキシセフナトリウ  
16 ム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき、液は  
17 無色~微黄色澄明である。

18 (2) 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-  
19 チオール 定量法で得た試料溶液を試料溶液とする。別に1  
20 -(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール  
21 約20mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。  
22 この液5mLを正確に量り、内標準溶液25mLを正確に加え、  
23 水を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
24 溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
25 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
26 る1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオ  
27 ールのピーク面積の比*Q*<sub>T</sub>及び*Q*<sub>S</sub>を求める。1-(2-ヒドロ  
28 キシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量は、本  
29 品1g(力価)当たり10mg以下である。

30 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオ  
31 ル(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>N<sub>4</sub>OS)の量(mg)

$$32 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$$

33 *M*<sub>S</sub>: 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5  
34 -チオールの秤取量(mg)

35 内標準溶液 *m*-クレゾール溶液(3→1000)

#### 36 試験条件

37 「フロモキシセフナトリウム」の定量法の試験条件を準用  
38 する。

#### 39 システム適合性

40 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、水を加えて  
41 正確に20mLとする。この液5μLから得た1-(2-ヒド  
42 ロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの  
43 ピーク面積が、標準溶液の1-(2-ヒドロキシエチル)  
44 -1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の  
45 3.5~6.5%になることを確認する。

46 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
47 作するとき、1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テト  
48 ラゾール-5-チオール、内標準物質の順に溶出し、  
49 その分離度は20以上である。

50 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
51 試験を3回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に

52 対する1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾー  
53 ル-5-チオールのピーク面積の比の相対標準偏差は  
54 1.0%以下である。

55 水分 (2.48) 1.5%以下(0.5g, 容量滴定法, 逆滴定)。

56 エンドトキシン (4.01) 0.025EU/mg(力価)未満。

57 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

58 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

59 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

60 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、  
61 適合する。

62 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量り、  
63 内容物の平均質量を求める。内容物約1gをシャーレに薄く  
64 広げ、臭化マグネシウム飽和溶液を入れた恒湿器中に遮光し  
65 て放置し、水分を平衡化させる。その約0.1gにつき、水分の  
66 項に準じて水分を測定しておく。本品の表示量に従い「フロ  
67 モキシセフナトリウム」約50mg(力価)に対応する量を精密に  
68 量り、内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし、水を加えて  
69 100mLとし、試料溶液とする。別にフロモキシセフトリエチ  
70 ルアンモニウム標準品約50mg(力価)に対応する量を精密に  
71 量り、内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし、水を加えて  
72 100mLとし、標準溶液とする。以下「フロモキシセフナトリ  
73 ム」の定量法を準用する。

74 フロモキシセフ(C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>)の量[μg(力価)]

$$75 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

76 *M*<sub>S</sub>: フロモキシセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取  
77 量[mg(力価)]

78 内標準溶液 *m*-クレゾール溶液(3→1000)

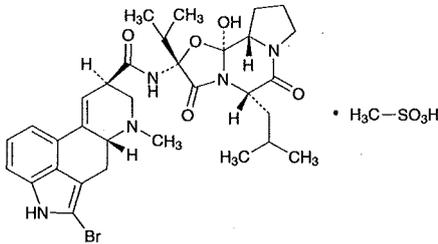
79 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容  
80 器を使用することができる。

1 プロモクリプチンメシル酸塩

1 プロモクリプチンメシル酸塩

2 Bromocriptine Mesilate

3 メシル酸プロモクリプチン



4

5 C<sub>32</sub>H<sub>40</sub>BrN<sub>5</sub>O<sub>5</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 750.70

6 (5'S)-2-Bromo-12'-hydroxy-2'-(1-methylethyl)-5'-

7 (2-methylpropyl)ergotaman-3',6',18-trione

8 monomethanesulfonate

9 [22260-51-1]

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、プロモクリ  
11 プチンメシル酸塩(C<sub>32</sub>H<sub>40</sub>BrN<sub>5</sub>O<sub>5</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S)98.0%以上を含  
12 む。

13 性状 本品は白色～微帯黄白色又は微帯褐色の結晶性の粉末  
14 で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

15 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、メタノールに溶け  
16 やすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、無水酢酸、ジク  
17 ロロメタン又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水又はジ  
18 エチルエーテルにほとんど溶けない。

19 本品は光によって徐々に着色する。

20 確認試験

21 (1) 本品2mgをメタノール1mLに溶かし、4-ジメチルア  
22 ミノベンズアルデヒド・塩化鉄(III)試液2mLを加えて振り混  
23 ぜるとき、液は帯紫青色を呈する。

24 (2) 本品のメタノール溶液(3→100000)につき、紫外可視  
25 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
26 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
27 の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  
28 る。

29 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
30 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  
31 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
32 ところに同様の強度の吸収を認める。

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

35 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>: +95~+105°(乾燥物に換算したもの  
36 0.1g, メタノール/ジクロロメタン混液(1:1), 10mL,  
37 100mm)。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品0.10gをメタノール10mLに溶かすとき、  
40 液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

41 比較液: 塩化コバルト(II)の色と比較原液2.5mL, 塩化鉄  
42 (III)の色と比較原液6.0mL及び硫酸銅(II)の色と比較原  
43 液1.0mLをとり、薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に  
44 100mLとする。

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

48 (3) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
49 て行う。本品0.10gをメタノール/クロロホルム混液(1:  
50 1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確にと  
51 り、メタノール/クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に  
52 200mLとし、標準溶液(1)とする。この液10mLを正確にと  
53 り、メタノール/クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に  
54 20mLとし、標準溶液(2)とする。これらの液につき薄層クロ  
55 マトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液、標準  
56 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  
57 用シリカゲルを用いて調製した薄層板に1cmの帯状にスポッ  
58 トする。直ちにジクロロメタン/1,4-ジオキサン/エタノ  
59 ール(95)/アンモニア水(28)混液(1800:150:50:1)を展開  
60 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を減圧で30分間乾燥  
61 する。これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、  
62 更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後、薄層板をガラス板  
63 で覆い観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のス  
64 ポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく、か  
65 つ主スポット以外のスポットのうち標準溶液(2)から得たス  
66 ポットより濃いスポットは、1個以下である。

67 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 80°C,  
68 5時間)。

69 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

70 定量法 本品約0.6gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液  
71 (7:1)80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
72 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

73 0.1mol/L過塩素酸1mL=75.07mg C<sub>32</sub>H<sub>40</sub>BrN<sub>5</sub>O<sub>5</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S

74 貯法

75 保存条件 遮光して、-18°C以下で保存する。

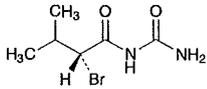
76 容器 気密容器。

1 ブロモバレリル尿素

1 ブロモバレリル尿素

2 Bromovalerylurea

3 ブロムバレリル尿素



4 及び鏡像異性体

5  $C_6H_{11}BrN_2O_2$  : 223.07

6 (2R,3S)-(2-Bromo-3-methylbutanoyl)urea

7 [496-67-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ブロモバレリル尿素

9 ( $C_6H_{11}BrN_2O_2$ )98.0%以上を含む。

10 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  
11 はなく、味はわずかに苦い。

12 本品はエタノール(95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテ  
13 ルにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

14 本品は硫酸、硝酸又は塩酸に溶けるが、これに水を加える  
15 とき、沈殿を生じる。

16 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

17 確認試験

18 (1) 本品0.2gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え  
19 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  
20 変する。この液に過量の希硫酸を加えて煮沸するとき、吉草  
21 酸のにおいを発する。

22 (2) 本品0.1gに無水炭酸ナトリウム0.5gを加え、徐々に加  
23 熱して完全に分解し、残留物を熱湯5mLに溶かし、冷後、  
24 酢酸(31)を加えて酸性とし、ろ過する。ろ液は臭化物の定性  
25 反応(2) (1.09)を呈する。

26 融点 (2.60) 151~155°C

27 純度試験

28 (1) 液性 本品1.5gに水30mLを加え、5分間振り混ぜて  
29 ろ過するとき、液は中性である。

30 (2) 塩化物 (1.03) (1)のろ液10mLをとり、試験を行う。  
31 比較液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下)。

32 (3) 硫酸塩 (1.14) (1)のろ液10mLをとり、試験を行う。  
33 比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)。

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

37 (5) ヒ素 (1.11) 本品0.5gをとり、水酸化ナトリウム試  
38 液5mLに溶かした液を検液とし、試験を行う(4ppm以下)。

39 (6) 硫酸呈色物 (1.15) 本品0.5gをとり、試験を行う。  
40 液の色は色の比較液Aより濃くない。

41 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 80°C, 2時間)。

42 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

43 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、300mLの  
44 三角フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液40mLを加え、  
45 還流冷却器を付け、20分間穏やかに煮沸する。冷後、水  
46 30mLを用いて還流冷却器の下部及び三角フラスコの口部を  
47 洗い、洗液を三角フラスコの液と合わせ、硝酸5mL及び正  
48 確に0.1mol/L硝酸銀液30mLを加え、過量の硝酸銀を  
49 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定 (2.50)する(指

50 示薬 : 硫酸アンモニウム鉄(III)試液2mL。同様の方法で空  
51 試験を行う。

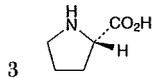
52 0.1mol/L硝酸銀液1mL=22.31mg  $C_6H_{11}BrN_2O_2$

53 貯法 容器 密閉容器。

1 L-プロリン

1 L-プロリン

2 L-Proline



4 C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub> : 115.13

5 (2S)-Pyrrolidine-2-carboxylic acid

6 [147-85-3]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、L-プロリン(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>)99.0~101.0%を含む。

8 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。

9 本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

10 本品は潮解性である。

11 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。

12 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -84.0~-86.0°(乾燥物に換算したものの1g、水、25mL、100mm)。

13 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.9~6.9である。

14 純度試験

15 (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。

16 (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)。

17 (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)。

18 (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)。

19 (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1.0mLを加える(10ppm以下)。

20 (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)。

21 (7) 類縁物質 本品約0.5gを精密に量り、塩酸0.5mL及び水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にL-アスパラギン酸、L-トレオニン、L-セリン、L-グルタミン酸、L-プロリン、グリシン、L-アラニン、L-シスチン、L-バリン、L-メチオニン、L-イソロイシン、L-ロイシン、L-チロジン、L-フェニルアラニン、L-リジン塩酸塩、塩化アンモニウム、L-ヒスチジン及びL-アルギニンをそれぞれ2.5mmol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1000mLとし、標準原液とする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶

50 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。試料溶液及び標準溶液から得たピーク高さから試料溶液1mLに含まれるプロリン以外のアミノ酸の質量を求め、その質量百分率を算出するとき、プロリン以外の各アミノ酸の量は0.1%以下である。

51 試験条件

52 検出器：可視吸光度計(測定波長：570nm)

53 カラム：内径4.6mm、長さ8cmのステンレス管に3μmのポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充てんする。

54 カラム温度：57°C付近の一定温度

55 反応槽温度：130°C付近の一定温度

56 反応時間：約1分

57 移動相：移動相A、移動相B、移動相C、移動相D及び移動相Eを次の表に従って調製後、それぞれにカプリル酸0.1mLを加える。

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	—
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	—
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	—
水酸化ナトリウム	—	—	—	—	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	—	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	—	—
ベンジルアルコール	—	—	—	5mL	—
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

58 移動相の切換え：標準溶液20μL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、アルギニンの順に溶出し、イソロイシンとロイシンの分離度が1.2以上になるように、移動相A、移動相B、移動相C、移動相D及び移動相Eを順次切り換える。

59 反応試薬：酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし、酢酸(100)123mL、1-メトキシ-2-プロパノール401mL及び水を加えて1000mLとし、10分間窒素を通じ、(I)液とする。別に1-メトキシ-2-プロパノール979mLにニンヒドリン39gを加え、5分間窒素を通じた後、水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え、30分間窒素を通じ、(II)液とする。(I)液と(II)液を1容量と1容量の混液とする(用時製する)。

60 移動相流量：毎分0.20mL

## 2 L-プロリン

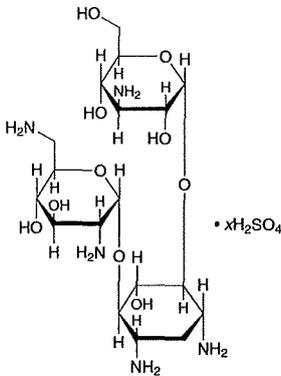
- 86 反応試薬流量：毎分0.24mL
- 87 システム適合性
- 88 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 89 操作するとき、グリシンとアラニンの分離度は1.2以
- 90 上である。
- 91 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記条件で
- 92 試験を6回繰り返すとき、標準溶液中のプロリンを除
- 93 く各アミノ酸のピーク高さの相対標準偏差は5.0%以
- 94 下であり、保持時間の相対標準偏差は1.0%以下であ
- 95 る。
- 96 (8) 残留溶媒 別に規定する。
- 97 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 3時間)。
- 98 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 99 定量法 本品約0.12gを精密に量り、ギ酸3mLに溶かし、酢酸
- 100 (100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(電
- 101 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。
- 102 0.1mol/L過塩素酸1mL=11.51mg C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>
- 103 貯法 容器 気密容器。

1 ベカナマイシン硫酸塩

1 ベカナマイシン硫酸塩

2 Bekanamycin Sulfate

3 硫酸ベカナマイシン



4

5 C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>N<sub>5</sub>O<sub>10</sub> · xH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

6 3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-

7 diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-

8 D-streptamine sulfate

9 [70550-99-1]

10 本品は、*Streptomyces kanamyceticus*の変異株の培養に  
11 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  
12 の硫酸塩である。

13 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり680～  
14 770μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ベカナマイシン  
15 (C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>N<sub>5</sub>O<sub>10</sub> : 483.51)としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色の粉末である。

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

19 確認試験

20 (1) 本品20mgをpH5.6の1/15mol/Lリン酸塩緩衝液2mL  
21 に溶かし、ニンヒドリン試液1mLを加えて煮沸するとき、  
22 液は青紫色を呈する。

23 (2) 本品及びベカナマイシン硫酸塩標準品30mgずつを水  
24 5mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液  
25 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
26 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  
27 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  
28 酸二水素カリウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展  
29 開した後、薄層板を風乾する。これに0.2%ニンヒドリン・  
30 水飽和1-ブタノール試液を均等に噴霧し、100℃で10分間  
31 加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得た主スポットは  
32 紫褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

33 (3) 本品の水溶液(1→5)に塩化バリウム試液1滴を加える  
34 とき、液は白濁する。

35 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +102～+116°(乾燥後, 0.25g, 水,  
36 25mL, 100mm)。

37 pH(2.54) 本品0.50gを水10mLに溶かした液のpHは6.0～  
38 8.5である。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品0.5gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄

41 明である。

42 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
44 下)。

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

47 (4) 類縁物質 本品60mgを水10mLに溶かし、試料溶液  
48 とする。この液3mLを正確に量り、水を加えて正確に  
49 100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
50 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
51 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  
52 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  
53 リウム溶液(3→40)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄  
54 層板を風乾する。これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1-ブタ  
55 ノール試液を均等に噴霧し、100℃で10分間加熱するとき、  
56 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  
57 ら得たスポットより濃くない。

58 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.5g, 減圧・0.67kPa以下, 60℃,  
59 3時間)。

60 強熱残分(2.44) 0.5%以下(1g)。

61 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  
62 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

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

64 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。ただし、滅菌後の  
65 pH(2.54)は7.8～8.0とする。

66 (iii) 標準溶液 ベカナマイシン硫酸塩標準品を乾燥し、そ  
67 の約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたpH6.0  
68 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50mLとし、標準  
69 原液とする。標準原液は5～15℃に保存し、30日以内に使用  
70 する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/L  
71 リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力価)及び2.5μg(力  
72 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  
73 とする。

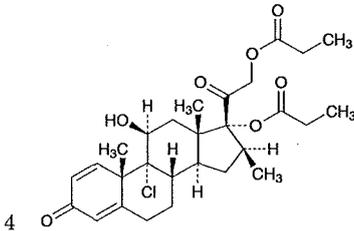
74 (iv) 試料溶液 本品20mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
75 水に溶かして正確に50mLとする。この液適量を正確に量り、  
76 pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に10μg(力  
77 価)及び2.5μg(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び  
78 低濃度試料溶液とする。

79 貯法 容器 気密容器。

1 ベクロメタゾンプロピオン酸エステル

2 Beclometasone Dipropionate

3 プロピオン酸ベクロメタゾン



5  $C_{28}H_{37}ClO_7$  : 521.04

6 9-Chloro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxy-16 $\beta$ -methylpregna-1,4-

7 diene-3,20-dione 17,21-dipropanoate

8 [5534-09-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベクロメタゾンプロ  
10 ピオン酸エステル( $C_{28}H_{37}ClO_7$ )97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色~微黄色の粉末で、においはない。

12 本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶け  
13 やすく、エタノール(95)又は1,4-ジオキサンにやや溶けに  
14 く、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けな  
15 い。

16 融点：約208°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品2mgを硫酸2mLに溶かすとき、液は初め帯黄色  
19 を呈し、徐々にだいたい色を経て暗赤褐色に変わる。この液  
20 に注意して水10mLを加えるとき、液は帯青緑色に変わり、  
21 綿状の沈殿を生じる。

22 (2) 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし、フェーリング  
23 試液1mLを加えて加熱するとき、赤色~赤褐色の沈殿を生  
24 じる。

25 (3) 本品0.02gをとり、水酸化ナトリウム試液1mL及び水  
26 20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)によ  
27 り得た検液は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

28 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
29 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
30 本品の参照スペクトル又は乾燥したベクロメタゾンプロピ  
31 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  
32 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。  
33 もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びベ  
34 クロメタゾンプロピオン酸エステル標準品をそれぞれエタノ  
35 ール(95)に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、  
36 同様の試験を行う。

37 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +88~+94°(乾燥後, 0.1g, 1,4-ジ  
38 オキサン, 10mL, 100mm)。

39 純度試験

40 (1) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
41 試験を行う。比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以  
42 下)。

43 (2) 類縁物質 本品20mgをクロロホルム/メタノール混  
44 液(9:1)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正  
45 確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9:1)を加えて正

46 確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
47 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
48 び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル  
49 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  
50 ロエタン/メタノール/水混液(475:25:1)を展開溶媒と  
51 して約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカ  
52 リ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料  
53 溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得  
54 たスポットより濃くない。

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

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

57 定量法 本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品  
58 を乾燥し、その約20mgずつを精密に量り、それぞれをメタ  
59 ノールに溶かし、正確に50mLとする。この液10mLずつを  
60 正確に量り、それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後、  
61 メタノールを加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液とす  
62 る。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体ク  
63 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質の  
64 ピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルの  
65 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

66 ベクロメタゾンプロピオン酸エステル( $C_{28}H_{37}ClO_7$ )の量(mg)  
67  $= M_S \times Q_T / Q_S$

68  $M_S$  : ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品の秤取  
69 量(mg)

70 内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのメタノール溶  
71 液(1→4000)

72 試験条件

73 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

74 カラム：内径4.6mm、長さ20cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
75 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
76 リカゲルを充てんする。

77 カラム温度：25°C付近の一定温度

78 移動相：アセトニトリル/水混液(3:2)

79 流量：ベクロメタゾンプロピオン酸エステルの保持時間  
80 が約6分になるように調整する。

81 システム適合性

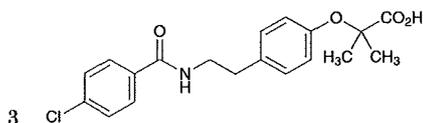
82 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
83 操作するとき、ベクロメタゾンプロピオン酸エステル、  
84 内標準物質の順に溶出し、その分離度は8以上である。  
85 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
87 に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピー  
88 ク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

89 貯法 容器 気密容器。

# 1 ベザフィブラート

## 1 ベザフィブラート

2 Bezafibrate



3  $C_{19}H_{20}ClNO_4$  : 361.82

4 2-(4-{2-[(4-Chlorobenzoyl)amino]ethyl}phenoxy)-2-

5 methylpropanoic acid

6 [41859-67-0]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ベザフィブラート  
8 ( $C_{19}H_{20}ClNO_4$ )98.5~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、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、  
11 水にほとんど溶けない。

### 12 確認試験

13 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
14 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
15 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
16 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
17 る。

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

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

24 融点(2.60) 181~186°C

### 25 純度試験

26 (1) 塩化物(1.03) 本品3.0gを*N,N*-ジメチルホルムア  
27 ミド15mLに溶かし、水を加えて60mLとし、よく振り混ぜ  
28 12時間以上放置した後、ろ過し、ろ液40mLに希硝酸6mL及  
29 び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
30 比較液は0.01mol/L塩酸0.70mLに*N,N*-ジメチルホルムア  
31 ミド10mL、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする  
32 (0.012%以下)。

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

36 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール35mLに溶かし、  
37 更に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて  
38 50mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メ  
39 タノール70mLを加え、更に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウ  
40 ム試液(1→50)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
41 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  
42 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  
43 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、  
44 試料溶液のベザフィブラートのピークに対する相対保持時間  
45 約0.65及び1.86のピーク面積はそれぞれ標準溶液のベザフ  
46 イブラートのピーク面積の1/2より大きくなく、その他の

47 ピークの面積は標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の  
48 1/5より大きくない。また、試料溶液のベザフィブラート  
49 以外のピークの合計面積は、標準溶液のベザフィブラートの  
50 ピーク面積の3/4より大きくない。

### 51 試験条件

52 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

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

56 カラム温度：25°C付近の一定温度

57 移動相：メタノール/薄めた酢酸(100)(1→100)混液  
58 (9：4)

59 流量：ベザフィブラートの保持時間が約6分になるよう  
60 に調整する。

61 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベザフィブラート  
62 の保持時間の約2.5倍の範囲

### 63 システム適合性

64 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、メタノール  
65 /薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)混液  
66 (7：3)を加えて正確に50mLとする。この液5μLから  
67 得たベザフィブラートのピーク面積が標準溶液のベザ  
68 フィブラートのピーク面積の7~13%になることを確  
69 認する。

70 システムの性能：本品20mg及び4-クロロ安息香酸  
71 10mgをメタノール70mLに溶かし、更に薄めた  
72 0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて  
73 100mLとする。この液5μLにつき、上記の条件で操  
74 作するとき、4-クロロ安息香酸、ベザフィブラート  
75 の順に溶出し、4-クロロ安息香酸とベザフィブラート  
76 の分離度は3以上である。

77 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
78 試験を6回繰り返すとき、ベザフィブラートのピーク  
79 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

80 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

81 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

82 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、エタノール  
83 (99.5)50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
84 (2.50)する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)。同様  
85 の方法で空試験を行い、補正する。

86 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=36.18mg  $C_{19}H_{20}ClNO_4$

87 貯法 容器 気密容器。

# 1 ベザフィブラート徐放錠

## 1 ベザフィブラート徐放錠

### 2 Bezafibrate Sustained Release 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 ベザフィブラート(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub>; 361.82)を含む。

5 製法 本品は「ベザフィブラート」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ベザフィブラー  
8 ト」0.1gに対応する量を取り、メタノール100mLを加えて  
9 よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液1mLにメタノールを加  
10 えて100mLとし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外  
11 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定する  
12 とき、波長227~231nmに吸収の極大を示す。

13 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

14 溶出性(6.10) 試験液にpH7.2のリン酸水素二ナトリウム・  
15 クエン酸緩衝液900mLを用い、パドル法により毎分50回転  
16 で試験を行うとき、本品の100mg錠の1.5時間、2.5時間及び  
17 8時間後の溶出率はそれぞれ15~45%、35~65%及び80%  
18 以上であり、200mg錠の1.5時間、2.5時間及び8時間後の溶  
19 出率はそれぞれ15~45%、30~60%及び75%以上である。

20 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間にそれぞ  
21 れ溶出液20mLを正確にとり、直ちに37±0.5℃に加温した  
22 試験液20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径0.45µm  
23 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mL  
24 を除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中  
25 にベザフィブラート(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub>)約13µgを含む液となるよ  
26 うに試験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。  
27 別に定量用ベザフィブラートを105℃で3時間乾燥し、その  
28 約66mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mL  
29 とする。この液2mLを正確に量り、試験液を加えて正確に  
30 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
31 き、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
32 り試験を行い、波長228nmにおける吸光度A<sub>T</sub>(n)及びA<sub>S</sub>を測  
33 定する。

34 n回目の溶出液採取時におけるベザフィブラート  
35 (C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)(n=1,2,3)

$$36 = M_S \times \left\{ \frac{A_T(n)}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_T(i)}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

37 M<sub>S</sub>: 定量用ベザフィブラートの秤取量(mg)

38 C: 錠中のベザフィブラート(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub>)の表示量(mg)

39 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
40 とする。ベザフィブラート(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub>)約20mgに対応す  
41 る量を精密に量り、メタノール60mLを加え、内標準溶液  
42 10mLを正確に加え、20分間振り混ぜる。次に薄めた  
43 0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて100mLとし  
44 た後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用ベザフィ  
45 ブラートを105℃で3時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
46 メタノール60mLに溶かし、内標準溶液10mLを正確に加え、  
47 次に薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウム試液(1→50)を加えて  
48 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液2µL  
49 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
50 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するベザフィブ

51 ートのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

52 ベザフィブラート(C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>ClNO<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub>×Q<sub>T</sub>/Q<sub>S</sub>

53 M<sub>S</sub>: 定量用ベザフィブラートの秤取量(mg)

54 内標準溶液 4-ニトロフェノールのメタノール溶液(1→  
55 500)

56 試験条件

57 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230nm)

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

61 カラム温度: 25℃付近の一定温度

62 移動相: メタノール/薄めた酢酸(100)(1→100)混液  
63 (9:4)

64 流量: ベザフィブラートの保持時間が約6分になるよう  
65 に調整する。

66 システム適合性

67 システムの性能: 標準溶液2µLにつき、上記の条件で操  
68 作するとき、内標準物質、ベザフィブラートの順に溶  
69 出し、その分離度は4以上である。

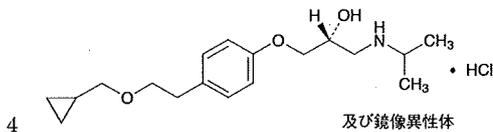
70 システムの再現性: 標準溶液2µLにつき、上記の条件で  
71 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
72 対するベザフィブラートのピーク面積の比の相対標準  
73 偏差は1.0%以下である。

74 貯法 容器 気密容器。

1 ベタキソロール塩酸塩

2 Betaxolol Hydrochloride

3 塩酸ベタキソロール



5  $C_{18}H_{29}NO_3 \cdot HCl$  : 343.89

6 (2*RS*)-1-[4-[2-(Cyclopropylmethoxy)ethyl]phenoxy]-

7 3-[(1-methylethyl)amino]propan-2-ol monohydrochloride

8 [63659-19-8]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベタキソロール塩酸  
10 塩( $C_{18}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

14 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.5~6.5である。

15 本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき、紫外  
18 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
20 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
21 認める。

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

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

28 融点(2.60) 114~117°C

29 純度試験

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

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

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

37 (4) 類縁物質 I 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
38 試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、メタノールを  
39 加えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、メタ  
40 ノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これら  
41 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
42 行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
43 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。  
44 次に酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(10 : 3 : 3)を展開溶媒  
45 として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ  
46 素蒸気中に1時間放置するとき、試料溶液から得た主スポ  
47 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  
48 ットより濃くない。

49 (5) 類縁物質 II 本品0.10gを移動相50mLに溶かし、試  
50 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて  
51 正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
52 液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
53 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  
54 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のベタキ  
55 ソロール以外のピーク的面積は、標準溶液のベタキソロー  
56 ルのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のベタキソ  
57 ロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のベタキソロー  
58 ルのピーク面積の2倍より大きくない。

59 試験条件

60 検出器：紫外吸光度計(測定波長：273nm)

61 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
62 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
63 ゲルを充てんする。

64 カラム温度：25°C付近の一定温度

65 移動相：1mol/L塩酸試液を加えてpH3.0に調整した薄  
66 めた0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)/ア  
67 セトニトリル/メタノール混液(26 : 7 : 7)

68 流量：ベタキソロールの保持時間が約9分になるように  
69 調整する。

70 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタキソロールの  
71 保持時間の約2倍の範囲

72 システム適合性

73 検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り、移動相を加  
74 えて正確に20mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たベタ  
75 キソロールのピーク面積が、標準溶液のベタキソロー  
76 ルのピーク面積の14~26%になることを確認する。

77 システムの性能：本品50mg及び2-ナフトール5mgを  
78 移動相200mLに溶かす。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の  
79 条件で操作するとき、ベタキソロール、2-ナフトール  
80 の順に溶出し、その分離度は10以上である。

81 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
82 で試験を6回繰り返すとき、ベタキソロールのピーク  
83 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

84 (6) 残留溶媒 別に規定する。

85 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

86 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

87 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
88 (100)30mLに溶かし、無水酢酸30mLを加え、0.1mol/L過塩  
89 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
90 を行い、補正する。

91 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.39mg  $C_{18}H_{29}NO_3 \cdot HCl$

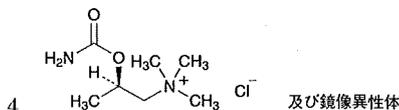
92 貯法 容器 気密容器。

1 ベタネコール塩化物

1 ベタネコール塩化物

2 Bethanechol Chloride

3 塩化ベタネコール



5 C<sub>7</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : 196.68

6 (2*RS*)-2-Carbamoyloxy-*N,N,N*-

7 trimethylpropylammonium chloride

8 [590-63-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベタネコール塩化物  
10 (C<sub>7</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)98.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

14 本品は吸湿性である。

15 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→40)2mLに塩化コバルト(II)六水和  
18 物溶液(1→100)0.1mLを加え、更にヘキサシアノ鉄(II)酸カ  
19 リウム試液0.1mLを加えるとき、液は緑色を呈し、この色は  
20 10分以内にほとんど退色する。

21 (2) 本品の水溶液(1→100)1mLにヨウ素試液0.1mLを加え  
22 るとき、褐色の沈殿を生じ、液は帯緑褐色を呈する。

23 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
24 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  
25 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
26 ところに同様の強度の吸収を認める。

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

29 融点(2.60) 217~221°C(乾燥後)。

30 純度試験

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

34 (2) 類縁物質 本品1.0gを水2.5mLに溶かし、試料溶液と  
35 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
36 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
37 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
38 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  
39 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  
40 →100)/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液(20:20:  
41 20:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
42 105°Cで15分間乾燥する。これにヘキサクロロ白金(IV)酸・  
43 ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し、30分間放置するとき、  
44 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  
45 ら得たスポットより濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸

49 (100)2mLに溶かし、無水酢酸40mLを加え、0.1mol/L過塩  
50 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
51 を行い、補正する。

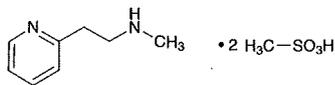
52 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.67mg C<sub>7</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

53 貯法 容器 気密容器。

1 ベタヒスチンメシル酸塩

1 ベタヒスチンメシル酸塩

- 2 Betahistine Mesilate
- 3 メシル酸ベタヒスチン



- 4
- 5  $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S : 328.41$
- 6 *N*-Methyl-2-pyridin-2-ylethylamine
- 7 dimethanesulfonate
- 8 [5638-76-6, ベタヒスチン]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベタヒスチンメシル  
10 酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )98.0~101.0%を含む。

- 11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。
- 12 本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)に溶けやすく、
- 13 エタノール(99.5)にやや溶けにくい。
- 14 本品は希塩酸に溶ける。
- 15 本品は吸湿性である。

16 確認試験

- 17 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫
- 18 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、
- 19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、
- 20 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を
- 21 認める。
- 22 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の
- 23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと
- 24 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは
- 25 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- 26 (3) 本品30mgはメシル酸塩の定性反応(2)(1.09)を呈す
- 27 る。

28 融点(2.60) 110~114°C(乾燥後)。

29 純度試験

- 30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、
- 31 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以
- 32 下)。
- 33 (2) 類縁物質 本品50mgを水/アセトニトリル混液(63 :
- 34 37)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に
- 35 量り、水/アセトニトリル混液(63 : 37)を加えて正確に
- 36 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL
- 37 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
- 38 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面
- 39 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のベタヒスチ
- 40 ン以外のピークの面積は、標準溶液のベタヒスチンのピーク
- 41 面積の1/10より大きくない。また、試料溶液のベタヒスチ
- 42 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベタヒスチンのピ
- 43 ーク面積の1/2より大きくない。

44 試験条件

- 45 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：261nm)
- 46 カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm
- 47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
- 48 リカゲルを充てんする。
- 49 カラム温度：35°C付近の一定温度

50 移動相：ジエチルアミン5mL及び酢酸(100)20mLに水  
51 を加え、1000mLとする。この液630mLにラウリル  
52 硫酸ナトリウム2.3gを加えて溶かし、アセトニトリル  
53 370mLを加える。

54 流量：ベタヒスチンの保持時間が約5分になるように調  
55 整する。

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保  
57 持時間の約3倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/アセト  
60 ニトリル混液(63 : 37)を加えて正確に50mLとする。  
61 この液20μLから得たベタヒスチンのピーク面積が、  
62 標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の7~13%にな  
63 ることを確認する。

64 システムの性能：本品10mg及び2-ビニルピリジン  
65 10mgを水/アセトニトリル混液(63 : 37)50mLに溶  
66 かす。この液2mLを量り、水/アセトニトリル混液  
67 (63 : 37)を加えて50mLとする。この液20μLにつき、  
68 上記の条件で操作するとき、2-ビニルピリジン、ベ  
69 タヒスチンの順に溶出し、その分離度は5以上である。  
70 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、ベタヒスチンのピーク面  
72 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

73 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 酸化リン(V), 減圧, 70°C,  
74 24時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

76 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸  
77 (100)1mLに溶かし、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩  
78 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
79 を行い、補正する。

80 0.1mol/L過塩素酸1mL=16.42mg  $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$

81 貯法 容器 気密容器。

1 ベタヒスチンメシル酸塩錠

2 Betahistine Mesilate Tablets

3 メシル酸ベタヒスチン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 ベタヒスチンメシル酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ : 328.41)を含  
6 む。

7 製法 本品は「ベタヒスチンメシル酸塩」をとり、錠剤の製法  
8 により製する。

9 確認試験 定量法の試料溶液5mLをとり、0.1mol/L塩酸試液  
10 を加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法  
11 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長259~  
12 263nmに吸収の極大を示す。

13 純度試験 類縁物質 本品20個以上をとり、粉末とする。表  
14 示量に従い「ベタヒスチンメシル酸塩」約50mgに対応する  
15 量を取り、水/アセトニトリル混液(63:37)10mLを加え、  
16 10分間超音波処理した後、遠心分離し、上澄液を試料溶液  
17 とする。この液1mLを正確に量り、水/アセトニトリル混  
18 液(63:37)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
19 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
20 液体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行う。それぞ  
21 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、  
22 試料溶液のベタヒスチンに対する相対保持時間約1.9のピー  
23 ク面積は、標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の3/5よ  
24 り大きくない。また、試料溶液のベタヒスチン以外のピーク  
25 の合計面積は、標準溶液のベタヒスチンのピーク面積より大  
26 きくない。

27 試験条件

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

30 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保  
31 持時間の約8倍の範囲

32 システム適合性

33 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/アセト  
34 ニトリル混液(63:37)を加えて正確に50mLとする。

35 この液20 $\mu$ Lから得たベタヒスチンのピーク面積が、  
36 標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の7~13%にな  
37 ることを確認する。

38 システムの性能：メシル酸ベタヒスチン10mg及び2-  
39 ビニルピリジン10mgを水/アセトニトリル混液(63:  
40 37)50mLに溶かす。この液2mLを量り、水/アセト  
41 ニトリル混液(63:37)を加えて50mLとする。この液  
42 20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、2-ビニル  
43 ピリジン、ベタヒスチンの順に溶出し、その分離度は  
44 5以上である。

45 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、ベタヒスチンのピーク面  
47 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

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

50 本品1個をとり、1mL中にベタヒスチンメシル酸塩  
51 ( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )約0.4mgを含む液となるように  
52 0.1mol/L塩酸試液V mLを正確に加え、錠剤が崩壊するまで

53 約10分間超音波処理した後、遠心分離し、上澄液を試料溶  
54 液とする。以下定量法を準用する。

55 ベタヒスチンメシル酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )の量(mg)  
56  $=M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

57  $M_S$ ：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量(mg)

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

61 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
62 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
63 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
64 正確に量り、表示量に従い1mL中にベタヒスチンメシル酸  
65 塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )約6.7 $\mu$ gを含む液となるように水を  
66 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用メ  
67 シル酸ベタヒスチンを酸化リン(V)を乾燥剤として70°Cで24  
68 時間減圧乾燥し、その約17mgを精密に量り、水に溶かし、  
69 正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、水を加え  
70 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
71 溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
72 フィー (2.01)により試験を行い、それぞれの液のベタヒス  
73 チンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

74 ベタヒスチンメシル酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )の表示量に対  
75 する溶出率(%)

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

77  $M_S$ ：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量(mg)

78 C：1錠中のベタヒスチンメシル酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )  
79 の表示量(mg)

80 試験条件

81 定量法の試験条件を準用する。

82 システム適合性

83 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
84 操作するとき、ベタヒスチンのピークの理論段数及び  
85 シンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、1.5以下  
86 である。

87 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
88 で試験を6回繰り返すとき、ベタヒスチンのピーク面  
89 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

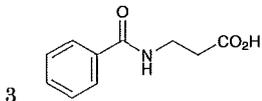
90 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
91 とする。ベタヒスチンメシル酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )約  
92 20mgに対応する量を精密に量り、0.1mol/L塩酸試液40mL  
93 を加え、10分間超音波処理した後、0.1mol/L塩酸試液を加  
94 えて正確に50mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試  
95 料溶液とする。別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン  
96 (V)を乾燥剤として70°Cで24時間減圧乾燥し、その約0.1gを  
97 精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に50mLとす  
98 る。この液10mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて  
99 正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
100 5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
101 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のベタヒスチンの  
102 ピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

## 2 ベタヒスチンメシル酸塩錠

- 103 ベタヒスチンメシル酸塩( $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$ )の量(mg)
- 104  $= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$
- 105  $M_S$ : 定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量(mg)
- 106 試験条件
- 107 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 261nm)
- 108 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m
- 109 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
- 110 リカゲルを充てんする.
- 111 カラム温度: 35°C付近の一定温度
- 112 移動相: ジエチルアミン5mL及び酢酸(100)20mLに水
- 113 を加えて1000mLとする. この液630mLにラウリル
- 114 硫酸ナトリウム2.3gを加えて溶かした後, アセトニト
- 115 リル370mLを加える.
- 116 流量: ベタヒスチンの保持時間が約5分になるように調
- 117 整する.
- 118 システム適合性
- 119 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操
- 120 作するとき, ベタヒスチンのピークの理論段数及びシ
- 121 ンメトリー係数は, それぞれ2000段以上, 1.5以下で
- 122 ある.
- 123 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で
- 124 試験を6回繰り返すとき, ベタヒスチンのピーク面積
- 125 の相対標準偏差は1.0%以下である.
- 126 貯法 容器 気密容器.

## 1 ベタミプロン

## 2 Betamipron

4  $C_{10}H_{11}NO_3$ : 193.20

5 3-Benzoylamino propionic acid

6 [3440-28-6]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベタミプロ  
8 ン( $C_{10}H_{11}NO_3$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや  
11 溶けやすく、水に溶けにくい。

12 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

## 13 確認試験

14 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき、紫  
15 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
16 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
17 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
18 認める。19 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
20 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
21 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
22 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。23 pH(2.54) 本品0.25gを水100mLに加温して溶かし、冷却し  
24 た液のpHは3.0~3.4である。

25 融点(2.60) 132~135°C

## 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品1.0gを水酸化ナトリウム試液10mLに溶か  
28 すとき、液は無色澄明である。29 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
30 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
31 下)。32 (3)  $\beta$ -アラニン 本品0.25gをメタノール10mLに溶か  
33 し、試料溶液とする。別に $\beta$ -アラニン50mgをメタノール  
34 に溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、  
35 メタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。こ  
36 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
37 験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグ  
38 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  
39 る。次にメタノール/酢酸エチル/アンモニア水(28)/水混  
40 液(200:200:63:37)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
41 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  
42 均等に噴霧した後、105°Cで5分間加熱するとき、標準溶液  
43 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  
44 トは、標準溶液のスポットより濃くない。45 (4) 類縁物質 本品20mgを移動相100mLに溶かし、試料  
46 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
47 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
48 10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ49 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
50 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のベタミプ  
51 ロン以外のピーク的面積は、標準溶液のベタミプロンのピー  
52 ク面積の2/5より大きくない。また、試料溶液のベタミプ  
53 ロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベタミプロンの  
54 ピーク面積より大きくない。

## 55 試験条件

56 検出器:紫外吸光光度計(測定波長:225nm)

57 カラム:内径6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
58 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
59 カゲルを充てんする。

60 カラム温度:40°C付近の一定温度

61 移動相:リン酸二水素ナトリウム二水合物3.12gを水  
62 800mLに溶かし、希水酸化ナトリウム試液を加えて  
63 pH7.0に調整し、水を加えて1000mLとする。この液  
64 900mLにアセトニトリル100mLを加える。65 流量:ベタミプロンの保持時間が約6分になるように調  
66 整する。67 面積測定範囲:溶媒のピークの後からベタミプロンの保  
68 持時間の約2倍の範囲

## 69 システム適合性

70 検出の確認:標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
71 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たベタ  
72 ミプロンのピーク面積が、標準溶液のベタミプロンの  
73 ピーク面積の7~13%になることを確認する。74 システムの性能:本品5mg及び安息香酸5mgを移動相  
75 200mLに溶かし、この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
76 操作するとき、安息香酸、ベタミプロンの順に溶出し、  
77 その分離度は5以上である。78 システムの再現性:標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
79 で試験を6回繰り返すとき、ベタミプロンのピーク面  
80 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

81 水分(2.48) 0.5%以下(1g、容量滴定法、直接滴定)。

82 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

83 定量法 本品約0.25gを精密に量り、エタノール(99.5)25mLに  
84 溶かし、水25mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴  
85 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
86 補正する。87 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=19.32mg  $C_{10}H_{11}NO_3$ 

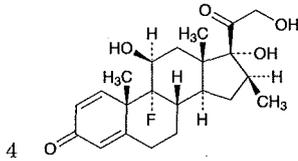
88 貯法 容器 気密容器。

# 1 ベタメタゾン

## 1 ベタメタゾン

2 Betamethasone

3 ベタメサゾン



5  $C_{22}H_{29}FO_5$  : 392.46

6 9-Fluoro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxy-16 $\beta$ -methylpregna-

7 1,4-diene-3,20-dione

8 [378-44-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベタメタゾン  
10 ( $C_{22}H_{29}FO_5$ )96.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

12 本品はメタノール、エタノール(95)又はアセトンにやや溶  
13 けにくく、水にほとんど溶けない。

14 融点：約240°C(分解)。

### 15 確認試験

16 (1) 本品10mgをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
17 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
18 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
19 する。

20 (2) 本品1.0mgをエタノール(95)10mLに溶かす。この液  
21 2.0mLに塩酸フェニルヒドラジニウム試液10mLを加え、振  
22 り混ぜた後、60°Cの水浴中で20分間加熱する。冷後、この  
23 液につき、エタノール(95)2.0mLを用いて同様に操作して得  
24 た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
25 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  
26 トル又はベタメタゾン標準品について同様に操作して得られ  
27 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  
28 のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
30 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  
31 本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン標準品のス  
32 ペ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  
33 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  
34 ルに差を認めるときは、本品及びベタメタゾン標準品をそれ  
35 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  
36 き、同様の試験を行う。

37 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +118~+126°(乾燥後, 0.1g, メタ  
38 ノール, 20mL, 100mm)。

### 39 純度試験

40 (1) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
41 試験を行う。比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以  
42 下)。

43 (2) 類縁物質 本品10mgをクロロホルム/メタノール混  
44 液(9:1)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正  
45 確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9:1)を加えて正  
46 確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
47 層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液

48 及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ  
49 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  
50 にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液  
51 (385:75:40:6)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄  
52 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射すると  
53 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  
54 液から得たスポットより濃くない。

55 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
56 間)。

57 強熱残分(2.44) 0.5%以下(0.1g, 白金るつぼ)。

58 定量法 本品及びベタメタゾン標準品を乾燥し、その約20mg  
59 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  
60 50mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに内  
61 標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて50mL  
62 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  
63 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
64 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するベタメタ  
65 ザンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

66 ベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

67  $M_S$  : ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

68 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
69 (1→1750)。

### 70 試験条件

71 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240nm)

72 カラム：内径4.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
73 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
74 リカゲルを充てんする。

75 カラム温度：25°C付近の一定温度

76 移動相：水/アセトニトリル混液(3:2)

77 流量：ベタメタゾンの保持時間が約4分になるように調  
78 整する。

### 79 システム適合性

80 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、ベタメタゾン、内標準物質の順に溶出  
82 し、その分離度は10以上である。

83 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
84 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
85 に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏  
86 差は1.0%以下である。

### 87 貯法

88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 気密容器。

## 1 ベタメタゾン錠

2 Betamethasone Tablets

3 ベタメサゾン錠

4 本品は定量するとき、表示量の90.0~107.0%に対応する  
5 ベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ ; 392.46)を含む。

6 製法 本品は「ベタメタゾン」をとり、錠剤の製法により製す  
7 る。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ベタメタゾン」  
9 2mgに対応する量を取り、メタノール20mLを加えて5分間  
10 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、冷後、  
11 残留物をメタノール2mLに溶かし、必要ならばろ過し、試  
12 料溶液とする。別にベタメタゾン標準品2mgをメタノール  
13 2mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
14 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
15 び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル  
16 (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  
17 1-ブタノール/水/無水酢酸混液(3:1:1)を展開溶媒とし  
18 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主  
19 波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット  
20 及び標準溶液から得たスポットの $R_f$ 値は等しい。

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

23 本品1個をとり、1mL中にベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )約  
24 50 $\mu$ gを含む液となるように水 $V$  mLを加える。次に内標準溶  
25 液2 $V$  mLを正確に加え、10分間激しく振り混ぜた後、遠心  
26 分離し、上澄液を試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品  
27 をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約  
28 20mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に  
29 200mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液  
30 20mLを正確に加え、更に水5mLを加え、標準溶液とする。  
31 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、液体クロマトグラフィー  
32 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
33 するベタメタゾンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

34 ベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )の量(mg)  
35  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 400$

36  $M_S$ : ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

37 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  
38 溶液(1→40000)

39 試験条件

40 定量法の試験条件を準用する。

41 システム適合性

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

45 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
47 に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏  
48 差は1.0%以下である。

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

52 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
53 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
54 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V$  mLを  
55 正確に量り、表示量に従い1mL中にベタメタゾン  
56 ( $C_{22}H_{29}FO_5$ )約0.56 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確  
57 に $V'$  mLとし、試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品  
58 をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約  
59 28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLと  
60 する。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
61 とする。更にこの液4mLを正確に量り、水を加えて正確に  
62 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
63 100 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
64 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のベタメタゾン  
65 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

66 ベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )の表示量に対する溶出率(% )  
67  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 5$

68  $M_S$ : ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

69  $C$ : 1錠中のベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )の表示量(mg)

70 試験条件

71 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 241nm)

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

75 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

76 移動相: メタノール/水混液(3:2)

77 流量: ベタメタゾンの保持時間が約7分になるように調  
78 整する。

79 システム適合性

80 システムの性能: 標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
81 操作するとき、ベタメタゾンのピークの理論段数及び  
82 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下  
83 である。

84 システムの再現性: 標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
85 で試験を6回繰り返すとき、ベタメタゾンのピーク面  
86 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

87 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
88 とする。ベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )約5mgに対応する量を精  
89 密に量り、水25mLを加え、内標準溶液50mLを正確に加え  
90 た後、10分間激しく振り混ぜる。この液を孔径0.5 $\mu$ m以下  
91 のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液5mLを除き、  
92 次のろ液を試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品をデシ  
93 ケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約20mg  
94 を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に50mLとす  
95 る。この液5mLを正確に量り、内標準溶液20mLを正確に加  
96 え、水5mLを加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
97 液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)  
98 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するベタメ  
99 タゾンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

100 ベタメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )の量(mg)

101  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 4$

102  $M_S$ : ベタメタゾン標準品の秤取量(mg)

## 2 ベタメタゾン錠

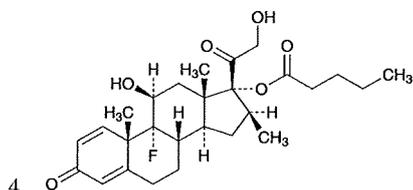
- 103 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル  
104 溶液(1→10000)  
105 試験条件  
106 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)  
107 カラム：内径4mm，長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
108 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
109 カゲルを充てんする。  
110 カラム温度：25℃付近の一定温度  
111 移動相：水／アセトニトリル混液(3：2)  
112 流量：ベタメタゾンの保持時間が約4分になるように調  
113 整する。  
114 システム適合性  
115 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
116 操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出  
117 し，その分離度は10以上である。  
118 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
119 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積  
120 に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏  
121 差は1.0%以下である。  
122 貯法  
123 保存条件 遮光して保存する。  
124 容器 気密容器。

1 ベタメタゾン吉草酸エステル

1 ベタメタゾン吉草酸エステル

2 Betamethasone Valerate

3 吉草酸ベタメタゾン



5 C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub> : 476.58

6 9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-

7 diene-3,20-dione 17-pentanoate

8 [2152-44-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベタメタゾン吉草酸  
10 エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>)97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノール(95)にやや  
13 溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、ジエチルエーテ  
14 ルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

15 融点：約190℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
18 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
19 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
20 する。

21 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
22 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
23 本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン吉草酸エス  
24 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  
25 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +77~+83°(乾燥後, 0.1g, メタノ  
27 ール, 20mL, 100mm)。

28 純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避けて行う。本品  
29 0.02gをクロロホルム/メタノール混液(9 : 1)5mLに溶かし、  
30 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
31 /メタノール混液(9 : 1)を加えて正確に50mLとし、標準溶  
32 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
33 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
34 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  
35 層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液  
36 (9 : 1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾  
37 する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に  
38 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  
39 は、標準溶液から得たスポットより濃くない。

40 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 3時間)。

41 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.5g, 白金るつぼ)。

42 定量法 本品及びベタメタゾン吉草酸エステル標準品を乾燥し、  
43 その約10mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶  
44 かし、正確に100mLとする。この液10mLずつを正確に量り、  
45 それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え、試料溶液及び標  
46 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条

47 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内  
48 標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステル  
49 のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

50 ベタメタゾン吉草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>)の量(mg)

51 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

52  $M_S$  : ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

53 内標準溶液 安息香酸イソアミルのメタノール溶液(1→  
54 1000)

55 試験条件

56 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

57 カラム : 内径4.0mm, 長さ20cmのステンレス管に7μm  
58 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
59 リカゲルを充てんする。

60 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

61 移動相 : メタノール/水混液(7 : 3)

62 流量 : ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約10  
63 分になるように調整する。

64 システム適合性

65 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、ベタメタゾン吉草酸エステル、内標準  
67 物質の順に溶出し、その分離度は5以上である。

68 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
70 に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の  
71 比の相対標準偏差は1.0%以下である。

72 貯法 容器 気密容器。

1 ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタ  
2 イシン硫酸塩クリーム

3 Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Cream

4 吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシンクリーム

5 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
6 ベタメタゾン吉草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>: 476.58)及び表示  
7 された力価の90.0~115.0%に対応するゲンタマイシン  
8 C<sub>1</sub>(C<sub>21</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>: 477.60)を含む。

9 製法 本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタ  
10 イシン硫酸塩」をとり、クリーム剤の製法により製する。

11 確認試験

12 (1) 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」  
13 1.2mgに対応する量を取り、メタノール20mL及びヘキサ  
14 20mLを加えて10分間激しく振り混ぜ、静置する。下層  
15 15mLをとり、水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する。  
16 残留物に酢酸エチル1mLを加えて振り混ぜ、試料溶液とす  
17 る。別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品18mgを酢酸エ  
18 チル20mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、  
19 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
20 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  
21 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  
22 ルを展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
23 これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し、  
24 100℃で加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標  
25 準溶液から得たスポットは紫色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等  
26 しい。

27 (2) 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」  
28 2mg(力価)に対応する量を取り、酢酸エチル20mL及び水  
29 10mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。  
30 下層3mLをとり、希水酸化ナトリウム試液1mL及びニンヒ  
31 ドリン試液2mLを加え、90~95℃の水浴中で10分間加熱す  
32 るとき、液は紫~暗紫色を呈する。

33 pH (2.54) 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エ  
34 テル」6mgに対応する量を取り、水15mLを加え、水浴上で  
35 加温しながらよくかき混ぜて乳濁液とし、冷却した液のpH  
36 は、4.0~6.0である。

37 純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草  
38 酸エステル」約1mgに対応する量を取り、メタノール/水混  
39 液(7:3)10mLを加える。これを60℃の水浴中で5分間加温  
40 した後、20分間激しく振り混ぜる。この操作を2回行う。次  
41 に15分間氷冷した後、5分間遠心分離し、液面の泡を除き、  
42 ろ過する。初めのろ液2mLを除き、次のろ液を試料溶液と  
43 する。試料溶液150μLにつき、次の条件で液体クロマトグラ  
44 フィー (2.01) により試験を行い、各々のピーク面積を自動  
45 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  
46 るとき、ベタメタゾン吉草酸エステル以外のそれぞれのピー  
47 クの量は3.5%以下である。また、ベタメタゾン吉草酸エ  
48 テル以外のピークの合計は7.0%以下である。

49 試験条件

50 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 240nm)

51 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
52 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

リカゲルを充てんする。

54 カラム温度: 45℃付近の一定温度

55 移動相: 水/アセトニトリル/メタノール混液(12:  
56 7:1)

57 流量: ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約16  
58 分になるように調整する。

59 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からベタメタゾン吉草  
60 酸エステルの保持時間の約2.5倍の範囲。ただし、製  
61 剤配合成分由来のピークは測定しない。

62 システム適合性

63 検出の確認: 「ベタメタゾン吉草酸エステル」20mgを  
64 メタノール/水混液(7:3)100mLに溶かす。この液  
65 1mLを正確に量り、メタノール/水混液(7:3)を加え  
66 て正確に100mLとし、システム適合性試験用溶液と  
67 する。この液2.5mLを正確に量り、メタノール/水混  
68 液(7:3)を加えて正確に50mLとする。この液150μL  
69 から得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積が、  
70 システム適合性試験用溶液150μLから得たベタメタ  
71 ゾン吉草酸エステルのピーク面積の3.5~6.5%になるこ  
72 とを確認する。

73 システムの性能: システム適合性試験用溶液150μLにつ  
74 き、上記の条件で操作するとき、ベタメタゾン吉草酸  
75 エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、  
76 それぞれ4000段以上、0.8~1.3である。

77 システムの再現性: システム適合性試験用溶液150μLに  
78 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ベタメ  
79 タゾン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は  
80 2.0%以下である。

81 定量法

82 (1) ベタメタゾン吉草酸エステル 本品のベタメタゾン吉  
83 草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>)約1mgに対応する量を精密に量り、  
84 メタノール/水混液(7:3)10mLを加え、更に内標準溶液  
85 10mLを正確に加える。これを60℃の水浴中で5分間加温し  
86 た後、20分間激しく振り混ぜる。この操作を2回行う。次に  
87 15分間氷冷した後、5分間遠心分離し、上澄液をろ過する。  
88 初めのろ液5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に  
89 ベタメタゾン吉草酸エステル標準品を105℃で3時間乾燥し、  
90 その約25mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
91 25mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノール/水混  
92 液(7:3)を加えて正確に50mLとする。この液10mLを正確  
93 に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、標準溶液とする。  
94 試料溶液及び標準溶液3μLにつき、次の条件で液体クロマト  
95 グラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク  
96 面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比  
97 Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

98 ベタメタゾン吉草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>)の量(mg)

$$99 = M_s \times Q_T / Q_S \times 1/25$$

100 M<sub>s</sub>: ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

101 内標準溶液 プロピオン酸ベクロメタゾン20mgをメタノ  
102 ール10mLに溶かし、メタノール/水混液(7:3)を加え  
103 て200mLとする。

104 試験条件

## 2 ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム

- 105 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)
- 106 カラム：内径2.1mm、長さ10cmのステンレス管に
- 107 3.5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ
- 108 ル化シリカゲルを充てんする。
- 109 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 110 移動相：メタノール／水混液(13：7)
- 111 流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約16
- 112 分になるように調整する。
- 113 システム適合性
- 114 システムの性能：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 115 作するとき、ベタメタゾン吉草酸エステル、内標準物
- 116 質の順に溶出し、その分離度は4以上である。
- 117 システムの再現性：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 118 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に
- 119 対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比
- 120 の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 121 (2) ゲンタマイシン硫酸塩 次の条件に従い、抗生物質の
- 122 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
- 123 う。
- 124 (i) 試験菌、基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地、
- 125 試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は、「ゲンタマイシ
- 126 ン硫酸塩」の定量法を準用する。
- 127 (ii) 試料溶液 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸
- 128 塩」約1mg(力価)に対応する量を精密に量り、あらかじめ約
- 129 85℃に加温したpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液100mLを
- 130 加えてよく振り混ぜて溶かす。冷後、pH8.0の0.1mol/Lリン
- 131 酸塩緩衝液を加えて正確に250mLとし、1mL中に4 $\mu$ g(力価)
- 132 を含む高濃度試料溶液とする。この液適量を正確に量り、
- 133 pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に1 $\mu$ g(力
- 134 価)を含むように調製し、低濃度試料溶液とする。
- 135 貯法
- 136 保存条件 遮光して保存する。
- 137 容器 気密容器。

1 ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩軟膏

3 Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Ointment  
4 吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～110.0%に対応する  
6 ベタメタゾン吉草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>: 476.58)及び表示  
7 された力価の90.0～115.0%に対応するゲンタマイシン  
8 C<sub>1</sub>(C<sub>21</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>: 477.60)を含む。

9 製法 本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり、軟膏剤の製法により製する。

11 確認試験

12 (1) 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」  
13 1.2mgに対応する量を取り、メタノール20mL及びヘキサン  
14 20mLを加え、超音波処理して本品を分散させる。5分間激  
15 しく振り混ぜ、5分間遠心分離した後、15分間氷冷して下層  
16 15mLをとり、水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する。  
17 残留物に酢酸エチル1mLを加えて超音波処理し、必要なら  
18 ばろ過し、試料溶液とする。別にベタメタゾン吉草酸エステ  
19 ル標準品18mgを酢酸エチル20mLに溶かし、標準溶液とす  
20 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) に  
21 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  
22 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  
23 ットする。次に酢酸エチルを展開溶媒として約10cm展開し  
24 た後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾ  
25 リウム試液を均等に噴霧し、100℃で加熱するとき、試料溶  
26 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色  
27 を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

28 (2) 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」  
29 2mg(力価)に対応する量を取り、ヘキサン20mL及び水10mL  
30 を加えて10分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。下層  
31 3mLをとり、希水酸化ナトリウム試液1mL及びニンヒドリン  
32 試液2mLを加え、90～95℃の水浴中で10分間加熱する  
33 き、液は赤褐色を呈する。

34 pH (2.54) 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エ  
35 テル」6mgに対応する量を取り、水15mLを加え、水浴上で  
36 加温して溶かし、冷後、水層を分取した液のpHは4.0～7.0  
37 である。

38 定量法

39 (1) ベタメタゾン吉草酸エステル 本品のベタメタゾン吉  
40 草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>)約1mgに対応する量を精密に量り、  
41 メタノール/水混液(7:3)10mLを加え、更に内標準溶液  
42 10mLを正確に加える。これを75℃の水浴中で5分間加温し  
43 た後、10分間激しく振り混ぜる。この操作を2回行う。次に  
44 15分間氷冷した後、ろ過し、初めのろ液5mLを除き、次の  
45 ろ液を試料溶液とする。別にベタメタゾン吉草酸エステル標  
46 準品を105℃で3時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、メ  
47 タノールに溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確  
48 に量り、メタノール/水混液(7:3)を加えて正確に50mLと  
49 する。この液10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確  
50 に加えて、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3μLにつ  
51 き、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験  
52 を行い、内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草

酸エステルのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

54 ベタメタゾン吉草酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>37</sub>FO<sub>6</sub>)の量(mg)  
55 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$$

56 M<sub>S</sub>: ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

57 内標準溶液 プロピオン酸ベクロメタゾン20mgをメタノ  
58 ール10mLに溶かし、メタノール/水混液(7:3)を加え  
59 て200mLとする。

60 試験条件

61 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

62 カラム: 内径2.1mm, 長さ10cmのステンレス管に  
63 3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
64 ル化シリカゲルを充てんする。

65 カラム温度: 25℃付近の一定温度

66 移動相: メタノール/水混液(13:7)

67 流量: ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約16  
68 分になるように調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能: 標準溶液3μLにつき、上記の条件で操  
71 作するとき、ベタメタゾン吉草酸エステル、内標準物  
72 質の順に溶出し、その分離度は4以上である。

73 システムの再現性: 標準溶液3μLにつき、上記の条件で  
74 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
75 対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比  
76 の相対標準偏差は1.0%以下である。

77 (2) ゲンタマイシン硫酸塩 次の条件に従い、抗生物質の  
78 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  
79 う。

80 (i) 試験菌、基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地、  
81 試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は、「ゲンタマイシ  
82 ン硫酸塩」の定量法を準用する。

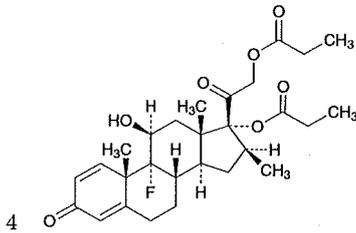
83 (ii) 試料溶液 本品の「ゲンタマイシン硫酸塩」約1mg(力  
84 価)に対応する量を精密に量り、分液漏斗に入れ、石油エー  
85 テル50mLを加え、更にpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液  
86 100mLを正確に加えて10分間振り混ぜる。下層液適量を正  
87 確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中  
88 に4μg(力価)及び1μg(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶  
89 液及び低濃度試料溶液とする。

90 貯法

91 保存条件 遮光して保存する。

92 容器 気密容器。

- 1 **ベタメタゾンジプロピオン酸エステル**  
 2 Betamethasone Dipropionate  
 3 ジプロピオン酸ベタメタゾン



- 5  $C_{28}H_{37}FO_7$  : 504.59  
 6 9-Fluoro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxy-16 $\beta$ -methylpregna-1,4-  
 7 diene-3,20-dione 17,21-dipropanoate  
 8 [5593-20-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ベタメタゾンジプロ  
 10 ピオン酸エステル( $C_{28}H_{37}FO_7$ )97.0~103.0%を含み、またフ  
 11 ツ素(F : 19.00)3.4~4.1%を含む。

12 **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。  
 13 本品はアセトン、1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶  
 14 けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)に  
 15 やや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水又はヘ  
 16 キサンにほとんど溶けない。

17 本品は光によって徐々に変化する。

18 **確認試験**

19 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)1mLにイソニアジ  
 20 ド試液4mLを加え、水浴上で2分間加熱するとき、液は黄色  
 21 を呈する。

22 (2) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
 23 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
 24 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(1.09)を呈  
 25 する。

26 (3) 本品のメタノール溶液(3→200000)につき、紫外可視  
 27 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
 28 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
 29 の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  
 30 る。

31 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
 32 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  
 33 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
 34 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

35 **旋光度**(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +63~+70°(乾燥後, 50mg, 1,4-  
 36 ジオキサン, 10mL, 100mm).

37 **融点**(2.60) 176~180°C

38 **純度試験**

39 (1) **フッ化物** 本品0.10gをとり、薄めた0.01mol/L水酸  
 40 化ナトリウム試液(1→20)10.0mLを加え、10分間振り混ぜた  
 41 後、孔径0.4 $\mu$ mのメンブランフィルターでろ過する。ろ液  
 42 5.0mLを20mLのメスフラスコにとり、アリザリンコンプレ  
 43 キソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリ  
 44 ウム(III)試液混液(1 : 1 : 1)10mLを加え、更に水を加えて  
 45 20mLとした後、1時間放置し、試料溶液とする。別にフッ

46 素標準液1.0mLを20mLのメスフラスコにとり、薄めた  
 47 0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)5.0mLを加え、アリ  
 48 ザリンコンプレキソン試液/pH4.3の酢酸・酢酸カリウム緩  
 49 衝液/硝酸セリウム(III)試液混液(1 : 1 : 1)10mLを加え、以  
 50 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  
 51 の液につき、薄めた0.01mol/L水酸化ナトリウム試液(1→  
 52 20)5.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外  
 53 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長  
 54 600nmにおける試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度よ  
 55 り大きくない(0.012%以下)。

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

59 (3) **類縁物質** 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
 60 て行う。本品10mgをクロロホルム10mLに溶かし、試料溶  
 61 液とする。この液3mLを正確に量り、クロロホルムを加え  
 62 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
 63 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
 64 液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリ  
 65 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。  
 66 次にクロロホルム/アセトン混液(7 : 1)を展開溶媒として約  
 67 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
 68 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外  
 69 のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

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

71 **強熱残分**(2.44) 0.2%以下(0.5g, 白金るつぼ)。

72 **定量法**

73 (1) **ベタメタゾンジプロピオン酸エステル** 本品を乾燥し、  
 74 その約15mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  
 75 100mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノールを加  
 76 えて正確に50mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測  
 77 定法(2.24)により試験を行い、波長239nm付近の吸収極大  
 78 の波長における吸光度Aを測定する。

79 ベタメタゾンジプロピオン酸エステル( $C_{28}H_{37}FO_7$ )の量(mg)  
 80  $= A / 312 \times 10000$

81 (2) **フッ素** 本品を乾燥し、その約10mgを精密に量り、  
 82 0.01mol/L水酸化ナトリウム試液0.5mL及び水20mLの混液  
 83 を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)のフッ素の定量  
 84 操作法により試験を行う。

85 **貯法**

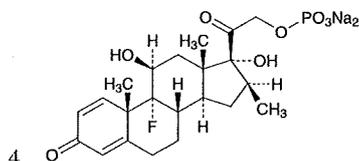
86 保存条件 遮光して保存する。

87 容器 気密容器。

1 ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム

2 Betamethasone Sodium Phosphate

3 リン酸ベタメタゾンナトリウム



5  $C_{22}H_{28}FN_{a_2}O_8P$  : 516.40

6 Disodium 9-fluoro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxy-16 $\beta$ -methylpregna-

7 1,4-diene-3,20-dione 21-phosphate

8 [151-73-5]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベタメタゾン  
10 リン酸エステルナトリウム ( $C_{22}H_{28}FN_{a_2}O_8P$ )97.0 ~  
11 103.0%を含む。

12 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で、におい  
13 はない。

14 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ  
15 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  
16 けない。

17 本品は吸湿性である。

18 融点：約213℃(分解)。

19 確認試験

20 (1) 本品2mgを硫酸2mLに溶かすとき、液は褐色を呈し、  
21 徐々に黒褐色に変わる。

22 (2) 本品0.01gをとり、0.01mol/L水酸化ナトリウム試液  
23 0.5mL及び水20mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼  
24 法(1.06)により得た検液はフッ化物の定性反応(2)(1.09)を  
25 呈する。

26 (3) 本品40mgを白金るつぼにとり、加熱して炭化する。  
27 冷後、硝酸5滴を加え、強熱し、灰化する。残留物に薄めた  
28 硝酸(1→50)10mLを加えて数分間煮沸する。冷後、必要な  
29 らばろ過し、試料溶液とする。試料溶液はリン酸塩の定性反  
30 応(2)(1.09)を呈する。試料溶液にアンモニア試液を加えて  
31 中性とした液は、ナトリウム塩の定性反応(1.09)並びにリ  
32 ン酸塩の定性反応(1.09)の(1)及び(3)を呈する。

33 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
34 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  
35 本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾンリン酸エス  
36 テルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者の  
37 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。

38 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +99~+105°(脱水物に換算したもの  
39 0.1g, 水, 10mL, 100mm)。

40 pH(2.54) 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは7.5~  
41 9.0である。

42 純度試験

43 (1) 溶状 本品0.25gを水10mLに溶かすとき、液は無色  
44 澄明である。

45 (2) 遊離リン酸 本品約20mgを精密に量り、水20mLに  
46 溶かし、試料溶液とする。別にリン酸標準液4mLを正確に  
47 量り、水20mLを加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準

48 溶液それぞれに希硫酸7mL、七モリブデン酸六アンモニウ  
49 ム・硫酸試液2mL及び硫酸4-メチルアミノフェノール試液  
50 2mLずつを正確に加え、よく振り混ぜ、20±1℃で15分間放  
51 置した後、それぞれに水を加えて正確に50mLとし、20±  
52 1℃で15分間放置する。これらの液につき、水20mLを用い  
53 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  
54 (2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得た  
55 それぞれの液の波長730nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
56 するとき、遊離リン酸の量は0.5%以下である。

57 遊離リン酸( $H_3PO_4$ )の含量(%)= $A_T/A_S \times 1/M \times 10.32$

58  $M$ : 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

59 (3) ベタメタゾン 本品20mgをとり、メタノール2mLを  
60 正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にベタメタゾン標  
61 準品20mgをとり、メタノール10mLを正確に加えて溶かす。  
62 この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mL  
63 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
64 ラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
65 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
66 り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に新たに調  
67 製した1-ブタノール/水/無水酢酸混液(3:1:1)を展開溶  
68 媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫  
69 外線(主波長254nm)を照射するとき、標準溶液から得たスポ  
70 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  
71 液のスポットより濃くない。

72 水分(2.48) 10.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 逆滴定)。

73 定量法 本品及びベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準  
74 品(別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
75 20mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、  
76 正確に20mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞ  
77 れに内標準溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加え  
78 て50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
79 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
80 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
81 るベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$   
82 を求める。

83 ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム( $C_{22}H_{28}FN_{a_2}O_8P$ )の  
84 量(mg)

$$85 = M_S \times Q_T / Q_S$$

86  $M_S$ : 脱水物に換算したベタメタゾンリン酸エステルナ  
87 リウム標準品の秤取量(mg)

88 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液  
89 (1→5000)

90 試験条件

91 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

92 カラム：内径4.0mm, 長さ25cmのステンレス管に7 $\mu$ m  
93 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
94 リカゲルを充てんする。

95 カラム温度：25℃付近の一定温度

96 移動相：臭化テトラ $n$ -ブチルアンモニウム1.6g, リン  
97 酸水素二ナトリウム十二水和物3.2g及びリン酸二水素  
98 カリウム6.9gを水1000mLに溶かした液にメタノール

## 2 ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム

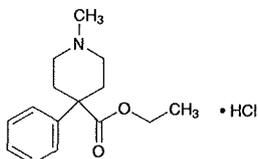
- 99 1500mLを加える。
- 100 流量：ベタメタゾンリン酸エステルの保持時間が約5分
- 101 になるように調整する。
- 102 システム適合性
- 103 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 104 操作するとき、ベタメタゾンリン酸エステル、内標準
- 105 物質の順に溶出し、その分離度は10以上である。
- 106 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 107 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 108 に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の
- 109 比の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 110 貯法 容器 気密容器。

## 1 ペチジン塩酸塩

2 Pethidine Hydrochloride

3 塩酸ペチジン

4 オペリジン



5

6  $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$  : 283.79

7 Ethyl 1-methyl-4-phenylpiperidine-4-carboxylate

8 monohydrochloride

9 [50-13-5]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ペチジン塩酸塩  
11 ( $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水又は酢酸(100)に極めて溶けやすく、エタノール  
14 (95)に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、ジエチルエ  
15 ーテルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.8~5.8である。

## 17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→2000)につき、紫外可視吸光度測定  
19 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  
20 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
21 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

26 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
27 呈する。

28 融点(2.60) 187~189°C

## 29 純度試験

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

32 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.20gをとり、試験を行う。比較  
33 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.240%以下)。

34 (3) 類縁物質 本品0.05gを移動相20mLに溶かし、試料  
35 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
36 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
37 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  
38 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
39 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のペチジン  
40 以外のピークの合計面積は、標準溶液のペチジンのピーク面  
41 積より大きくない。

## 42 試験条件

43 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

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

47 カラム温度：40°C付近の一定温度

48 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.0gを薄めたリン酸(1  
49 →1000)1000mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を  
50 加えてpH3.0に調整する。この液550mLにアセトニ  
51 トリル450mLを加える。

52 流量：ペチジンの保持時間が約7分になるように調整す  
53 る。

54 面積測定範囲：溶媒のピークの後からペチジンの保持時  
55 間の約2倍の範囲

56 システム適合性

57 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
58 えて正確に20mLとする。この液20μLから得たペチ  
59 ジンのピーク面積が、標準溶液のペチジンのピーク面  
60 積の5~15%になることを確認する。

61 システムの性能：試料溶液2mL及びパラオキシ安息香  
62 酸イソアミルの移動相溶液(1→50000)2mLに移動相  
63 を加えて10mLとする。この液20μLにつき、上記の  
64 条件で操作するとき、ペチジン、パラオキシ安息香酸  
65 イソアミルの順に溶出し、その分離度は2.0以上であ  
66 る。

67 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
68 で試験を6回繰り返すとき、ペチジンのピーク面積の  
69 相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
73 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
74 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
75 補正する。

76 0.1mol/L過塩素酸1mL=28.38mg  $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ 

## 77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 気密容器。

# 1 ペチジン塩酸塩注射液

## 1 ペチジン塩酸塩注射液

2 Pethidine Hydrochloride Injection

3 塩酸ペチジン注射液

4 オペリジン注射液

5 本品は水性の注射剤である。

6 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

7 ペチジン塩酸塩( $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ ; 283.79)を含む。

8 製法 本品は「ペチジン塩酸塩」をとり、注射剤の製法により

9 製する。

10 性状 本品は無色澄明の液である。

11 本品は光によって変化する。

12 pH: 4.0～6.0

13 確認試験 本品の表示量に従い「ペチジン塩酸塩」0.1gに対応

14 する容量をとり、水を加えて200mLとした液につき、紫外

15 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

16 とき、波長250～254nm, 255～259nm及び261～265nmに

17 吸収の極大を示す。

18 エンドトキシン (4.01) 6.0EU/mg未満。

19 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

20 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

21 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

22 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

23 適合する。

24 定量法 本品のペチジン塩酸塩( $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )約0.1gに対

25 応する容量を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、

26 更に移動相を加えて50mLとする。この液5mLをとり、移動

27 相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ペ

28 チジンを105℃で3時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、

29 内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし、更に移動相を加え

30 て50mLとする。この液5mLをとり、移動相を加えて20mL

31 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLにつき、

32 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行

33 い、内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積

34 の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

35 ペチジン塩酸塩( $C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$36 = M_S \times Q_T / Q_S$$

37  $M_S$ : 定量用塩酸ペチジンの秤取量(mg)

38 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液

39 (1→12500)

40 試験条件

41 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 257nm)

42 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm

43 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

44 リカゲルを充てんする。

45 カラム温度: 40℃付近の一定温度

46 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム2.0gを薄めたリン酸(1

47 →1000)1000mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を

48 加えてpH3.0に調整する。この液550mLにアセトニ

49 トリル450mLを加える。

50 流量: ペチジンの保持時間が約7分になるように調整す

51 る。

52 システム適合性

53 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で

54 操作するとき、ペチジン、内標準物質の順に溶出し、

55 その分離度は2.0以上である。

56 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件

57 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

58 に対するペチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は

59 1.0%以下である。

60 貯法

61 保存条件 遮光して保存する。

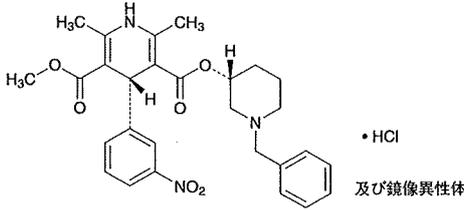
62 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 ベニジピン塩酸塩

1 ベニジピン塩酸塩

2 Benidipine Hydrochloride

3 塩酸ベニジピン



4

5  $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$  : 542.02

6 3-[(*3RS*)-1-Benzylpiperidin-3-yl]-5-methyl(4*RS*)-

7 2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-

8 dicarboxylate monohydrochloride

9 [91599-74-5]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ベニジピン塩酸塩  
11 ( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

13 本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けや  
14 すく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶  
15 けない。

16 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

17 融点：約200℃(分解)。

18 確認試験

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

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 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  
26 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
27 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品の水溶液(1→10)5mLにアンモニア試液5mLを加  
29 え、水浴上で5分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液に希硝酸  
30 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  
31 る。

32 純度試験

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

36 (2) 類縁物質 本品20mgを水/メタノール混液(1:  
37 1)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
38 量り、水/メタノール混液(1:1)を加えて正確に500mLと  
39 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正  
40 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
41 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  
42 法により測定するとき、試料溶液のベニジピンに対する相対  
43 保持時間約0.35のビスベンジルペリジルエステル体、約  
44 0.75の酸化体及びその他の類縁物質のピークの面積は標準溶  
45 液のベニジピンのピーク面積の1/2より大きくない。また、

46 試料溶液のベニジピン以外のピークの合計面積は、標準溶液  
47 のベニジピンのピーク面積より大きくない。ただし、ビスベ  
48 ンジルペリジルエステル体及び酸化体のピーク面積はそれ  
49 ぞれ感度係数1.6を乗じた値とする。

50 試験条件

51 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

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

55 カラム温度：25℃付近の一定温度

56 移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
57 /メタノール/テトラヒドロフラン混液(65:27:8)

58 流量：ベニジピンの保持時間が約20分になるように調  
59 整する。

60 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベニジピンの保持  
61 時間の約2倍の範囲

62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/メタノ  
64 ール混液(1:1)を加え、正確に20mLとする。この液  
65 10μLから得たベニジピンのピーク面積が、標準溶液  
66 のベニジピンのピーク面積の18~32%になることを  
67 確認する。

68 システムの性能：本品6mg及びベンゾイン5mgを水/メ  
69 タノール混液(1:1)200mLに溶かす。この液10μLに  
70 つき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイン、ベニ  
71 ジピンの順に溶出し、その分離度は8以上である。

72 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、ベニジピンのピーク面積  
74 の相対標準偏差は3.5%以下である。

75 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.5g, 105℃, 2時間)。

76 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

77 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、ギ酸10mL  
78 に溶かし、無水酢酸70mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定  
79 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
80 正する。

81 0.1mol/L過塩素酸1mL=54.20mg  $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$

82 貯法 容器 気密容器。

# 1 ベニジピン塩酸塩錠

## 1 ベニジピン塩酸塩錠

2 Benidipine Hydrochloride Tablets

3 塩酸ベニジピン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 ベニジピン塩酸塩( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ ; 542.02)を含む。

6 製法 本品は「ベニジピン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ベニジピン塩酸  
9 塩」10mgに対応する量を取り、メタノール100mLを加えて  
10 よく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液10mLにメタノ  
11 ルを加えて100mLとし、試料溶液とする。試料溶液につき、  
12 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
13 するとき、波長235~239nm及び350~360nmに吸収の極大  
14 を示す。

15 純度試験 酸化体 本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし、表  
16 示量に従い「ベニジピン塩酸塩」20mgに対応する量を取り、  
17 薄めたリン酸(1→500)/メタノール混液(1:1)約80mLを加  
18 えてよく振り混ぜた後、薄めたリン酸(1→500)/メタノール  
19 混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、孔径0.45 $\mu$ mのメン  
20 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  
21 量用塩酸ベニジピン20mgをとり、薄めたリン酸(1→500)/  
22 メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に100mLとする。こ  
23 の液1mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→500)/メタノール  
24 混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
25 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で  
26 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
27 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、  
28 試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約0.75の酸化体  
29 のピーク面積は、標準溶液のベニジピンのピーク面積の1/  
30 2より大きくない。ただし、酸化体のピーク面積は感度係数  
31 1.6を乗じた値とする。

32 試験条件

33 定量法の試験条件を準用する。

34 システム適合性

35 検出の確認: 標準溶液2mLを正確に量り、薄めたリン  
36 酸(1→500)/メタノール混液(1:1)を加えて正確に  
37 20mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たベニジピンのピー  
38 ク面積が標準溶液のベニジピンのピーク面積の7~  
39 13%になることを確認する。

40 システムの性能: 塩酸ベニジピン6mg及びベンゾイン  
41 5mgを水/メタノール混液(1:1)200mLに溶かす。こ  
42 の液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベン  
43 ゾイン、ベニジピンの順に溶出し、その分離度は8以  
44 上である。

45 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、ベニジピンのピーク面積  
47 の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

50 本品1個をとり、薄めたリン酸(1→500)/メタノール混液  
51 (1:1)40mLを加えて、崩壊するまで振り混ぜた後、1mL中  
52 にベニジピン塩酸塩( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )40 $\mu$ gを含む液にな

53 るように薄めたリン酸(1→500)/メタノール混液(1:1)を加  
54 えて正確にV mLとし、遠心分離する。上澄液20mLを正確  
55 に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→  
56 500)/メタノール混液(1:1)を加えて50mLとし、試料溶液  
57 とする。以下定量法を準用する。

58 ベニジピン塩酸塩( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$59 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 1000$$

60  $M_S$ : 定量用塩酸ベニジピンの秤取量(mg)

61 内標準溶液 ベンゾインの水/メタノール混液(1:1)溶液  
62 (13→200000)

63 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第1液900mLを用い、パド  
64 ル法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験  
65 を行うとき、本品の2mg錠及び4mg錠の30分間の溶出率は  
66 80%以上であり、8mg錠の45分間の溶出率は85%以上であ  
67 る。

68 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
69 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
70 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
71 正確に量り、表示量に従い1mL中にベニジピン塩酸塩  
72 ( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )約2.2 $\mu$ gを含む液となるように試験液を  
73 加えて正確にV' mLとする。この液5mLを正確に量り、移  
74 動相5mLを正確に加え、試料溶液とする。別に定量用塩酸  
75 ベニジピンを105℃で2時間乾燥し、その約22mgを精密に量  
76 り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを  
77 正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとする。更にこの  
78 液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mLとする。  
79 この液5mLを正確に量り、試験液5mLを正確に加え、標準  
80 溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
81 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
82 い、それぞれの液のベニジピンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測  
83 定する。

84 ベニジピン塩酸塩( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出  
85 率(%)

$$86 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

87  $M_S$ : 定量用塩酸ベニジピンの秤取量(mg)

88  $C$ : 1錠中のベニジピン塩酸塩( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )の表示  
89 量(mg)

90 試験条件

91 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 237nm)

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

95 カラム温度: 25℃付近の一定温度

96 移動相: pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
97 /アセトニトリル混液(11:9)

98 流量: ベニジピンの保持時間が約5分になるように調整  
99 する。

100 システム適合性

101 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
102 操作するとき、ベニジピンのピークの理論段数及びシ  
103 ンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下で

## 2 ベニジピン塩酸塩錠

104 ある。  
105 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
106 で試験を6回繰り返すとき、ベニジピンのピーク面積  
107 の相対標準偏差は1.5%以下である。  
108 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、メノ  
109 ウ製乳鉢を用いて粉末とする。ベニジピン塩酸塩  
110 ( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )約8mgに対応する量を精密に量り、薄め  
111 たリン酸(1 $\rightarrow$ 500)/メタノール混液(1:1)約150mLを加えて  
112 よく振り混ぜた後、更に薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 500)/メタノール  
113 混液(1:1)を加えて正確に200mLとする。この液を遠心分  
114 離し、上澄液20mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確  
115 に加え、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 500)/メタノール混液(1:1)を加  
116 えて50mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ベニジピ  
117 ンを105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約40mgを精密に量り、薄め  
118 たリン酸(1 $\rightarrow$ 500)/メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に  
119 100mLとする。この液2mLを正確に量り、内標準溶液  
120 10mLを正確に加え、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 500)/メタノール混  
121 液(1:1)を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
122 び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィ  
123 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の内標準物質の  
124 ピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$   
125 を求める。

126 ベニジピン塩酸塩( $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$127 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

128  $M_S$ ：定量用塩酸ベニジピンの秤取量(mg)

129 内標準溶液 ベンゾインの水/メタノール混液(1:1)溶液  
130 (13 $\rightarrow$ 200000)

131 試験条件

132 検出器：紫外吸光度計(測定波長：237nm)

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

136 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

137 移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
138 /メタノール/テトラヒドロフラン混液(65:27:8)

139 流量：ベニジピンの保持時間が約20分になるように調  
140 整する。

141 システム適合性

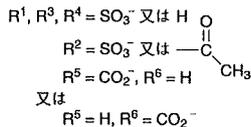
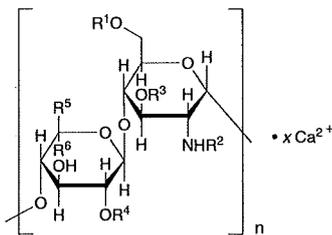
142 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
143 操作するとき、内標準物質、ベニジピンの順に溶出し、  
144 その分離度は8以上である。

145 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
146 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
147 に対するベニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差  
148 は1.0%以下である。

149 貯法 容器 密閉容器。

1 ヘパリンカルシウム

2 Heparin Calcium



3

4 [37270-89-6]

5 本品は、健康な食用ブタの腸粘膜から得たD-グルコサミ  
6 ン及びウロン酸(L-イズロン酸又はD-グルクロン酸)の二糖  
7 単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのカルシウム塩で  
8 ある。

9 本品は、血液の凝固を遅延する作用を有する。本品は、  
10 1mg中150ヘパリン単位以上を含む。

11 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、表示単位の  
12 90～110%を含み、また、カルシウム(Ca：40.08)8.0～  
13 12.0%を含む。

14 性状 本品は白色～帯灰褐色の粉末又は粒である。

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

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品10mgを水5mLに溶かした液に1mol/L塩酸試験液  
20 0.1mL及びトルイジンブルーO溶液(1→20000)5mLを加える  
21 とき、液は紫色～赤紫色を呈する。

22 (2) 本品及び理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品1  
23 mgずつを水1 mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。  
24 試料溶液及び標準溶液20μLずつをとり、次の条件で液体ク  
25 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行うとき、試料溶液  
26 及び標準溶液から得た主ピークの保持時間は等しい。

27 試験条件

28 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B、移  
29 動相の送液及び流量は純度試験(9)の試験条件を準用  
30 する。

31 システム適合性

32 システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準  
33 品1.0mgを水0.60mLに溶かした液90μL、過硫酸化コン  
34 ドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かし  
35 た液30μL及びデルマトン硫酸エステル1.0mgを水  
36 2.0mLに溶かした液30μLを混和する。この液20μLに  
37 つき、上記の条件で操作するとき、デルマトン硫酸エ  
38 ステル、ヘパリン、過硫酸化コンドロイチン硫酸の順  
39 に溶出し、デルマトン硫酸エステルとヘパリンとの分  
40 離度は1.0以上、ヘパリンと過硫酸化コンドロイチン

41 硫酸との分離度は1.5以上である。

42 (3) 本品50mgを水5mLに溶かした液は、カルシウム塩の  
43 定性反応(1.09)を呈する。

44 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0～  
45 8.0である。

46 純度試験

47 (1) 溶状 本品0.5gを水20mLに溶かすとき、液は澄明で  
48 ある。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
49 試験を行うとき、波長400nmにおける吸光度は0.05以下で  
50 ある。

51 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
52 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

53 (3) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
54 試験を行う。比較液には鉛標準液1.5mLを加える(30ppm以  
55 下)。

56 (4) バリウム 本品30mgを水3.0mLに溶かし、試料溶液  
57 とする。試料溶液1.0mLに希硫酸3滴を加え、10分間放置す  
58 るとき、液は混濁しない。

59 (5) 残留溶媒 別に規定する。

60 (6) 総窒素 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、窒  
61 素定量法(1.08)により試験を行うとき、窒素(N：14.01)の  
62 量は3.0%以下である。

63 (7) たん白質 (4)の試料溶液1.0mLにトリクロロ酢酸溶  
64 液(1→5)5滴を加えるとき、液は沈殿又は混濁を生じない。

65 (8) 過硫酸化コンドロイチン硫酸 本品20mgを核磁気共  
66 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  
67 リウム-d<sub>4</sub>の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液  
68 (1→10000)0.60mLに溶かす。この液につき、3-トリメチ  
69 ルシリルプロピオン酸ナトリウム-d<sub>4</sub>を内部基準物質として  
70 核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により、プロトン共鳴  
71 周波数400MHz以上の装置1.1を用いて<sup>1</sup>Hを測定するとき、  
72 δ 2.18±0.05ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸のN-アセ  
73 チル基に由来するシグナルを認めないか、又は認めることが  
74 あっても、<sup>13</sup>Cをデカップリングして測定するとき、そのシ  
75 グナルは消失する。

76 試験条件

77 温度：25℃

78 スピニング：オフ

79 データポイント数：32768

80 スペクトル範囲：DHOのシグナルを中心に±6.0ppm

81 パルス角：90°

82 繰り返しパルス待ち時間：20秒

83 ダミースキャン：4回

84 積算回数：ヘパリンのN-アセチル基のプロトンのシグ  
85 ナルのSN比が1000以上得られる回数

86 ウィンドウ関数：指数関数(Line broadening factor =  
87 0.2Hz)

88 システム適合性

89 システムの性能：本品20mgを核磁気共鳴スペクトル測  
90 定用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-  
91 d<sub>4</sub>の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→  
92 10000)0.40mLに溶かした液に、過硫酸化コンドロイ  
93 チン硫酸標準品0.10mgを核磁気共鳴スペクトル測定  
94 用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d<sub>4</sub>

2 ヘパリンカルシウム

95 の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→  
96 10000)1.0mLに溶かした液0.20mLを加える。この液  
97 につき、上記の条件で操作するとき、 $\delta$  2.04±  
98 0.02ppmにヘパリンのN-アセチル基に由来するシグ  
99 ナルを、及び $\delta$  2.18±0.05ppmに過硫酸化コンドロイ  
100 チン硫酸のN-アセチル基に由来するシグナルを、そ  
101 れぞれ認める。

102 (9) 類縁物質 本品2.0mgを水0.1mLに溶かした液20 $\mu$ L  
103 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
104 により試験を行うとき、ヘパリンのピーク以降にピークを認  
105 めない。

106 試験条件

107 検出器：紫外吸光度計(測定波長：202nm)

108 カラム：内径2.0mm、長さ7.5cmのステンレス管に  
109 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエ  
110 チル基を結合した合成高分子を充てんする。

111 カラム温度：35℃付近の一定温度

112 移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4gを水  
113 1000mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加えて  
114 pH3.0に調整する。

115 移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4g及び過  
116 塩素酸リチウム106.4gを水1000mLに溶かし、薄めた  
117 リン酸(1→10)を加えてpH3.0に調整する。

118 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
119 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	90	10
3 ~ 15	90 → 0	10 → 100

120 流量：毎分0.2mL

121 測定範囲：溶媒のピークの後からヘパリンの保持時間の  
122 2倍の範囲

123 システム適合性

124 検出の確認：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品  
125 10mgを水0.40mLに溶かし、ヘパリンナトリウム標  
126 準原液とする。別に過硫酸化コンドロイチン硫酸標準  
127 品0.10mgを水0.20mLに溶かし、過硫酸化コンドロイ  
128 チン硫酸標準溶液とする。ヘパリンナトリウム標準原  
129 液60 $\mu$ L、過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液3 $\mu$ L  
130 及び水12 $\mu$ Lを混和した液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
131 操作するとき、過硫酸化コンドロイチン硫酸のピーク  
132 を認める。

133 システムの性能：ヘパリンナトリウム標準原液120 $\mu$ Lに  
134 過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液30 $\mu$ Lを混和し、  
135 システム適合性試験用溶液とする。この液20 $\mu$ Lにつ  
136 き、上記の条件で操作するとき、ヘパリン、過硫酸化  
137 コンドロイチン硫酸の順に溶出し、その分離度は1.5  
138 以上である。

139 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 $\mu$ Lに  
140 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、過硫酸  
141 化コンドロイチン硫酸のピーク面積の相対標準偏差は  
142 2.0%以下である。

143 乾燥減量 (2.41) 8%以下(50mg、減圧、60℃、3時間)。

144 エンドトキシン (4.01) 0.0030EU/ヘパリン単位未満。

145 定量法

(1) ヘパリン

(i) 基質液 N-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グル  
タミル( $\gamma$ -OR)-グリシル-L-アルギニル-p-ニトロア  
ニリド塩酸塩15mgを水20mLに溶解する。

(ii) 活性化血液凝固X因子液 ウシ由来活性化血液凝固X  
因子を水に溶かし、1mL中に0.426単位を含む液を調製する。

(iii) 緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-ブ  
ロパンジオール6.06gを水750mLに溶かし、1mol/L塩酸試液  
を加えてpH8.4に調整した後、水を加えて1000mLとする。

(iv) 反応停止液 酢酸(100)20mLに水を加え、40mLとす  
る。

(v) ヘパリン標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品を生理  
食塩液に溶かし、1mL中に10単位を含むように調製した液  
100 $\mu$ Lに緩衝液を加えて正確に5mLとし、標準原液とする。  
次の表に従い、標準原液にアンチトロンビンIII試液、ヒト正  
常血漿及び緩衝液を加え、ヘパリン標準溶液(1)、ヘパリン  
標準溶液(2)、ヘパリン標準溶液(3)、ヘパリン標準溶液(4)及  
びヘパリン標準溶液(5)を調製する。

ヘパリン標準溶液 No.	ヘパリン濃度 (単位/mL)	緩衝液 ( $\mu$ L)	アンチトロン ビンIII試液 ( $\mu$ L)	ヒト正常 血漿 ( $\mu$ L)	標準 原液 ( $\mu$ L)
(1)	0	800	100	100	0
(2)	0.02	700	100	100	100
(3)	0.04	600	100	100	200
(4)	0.06	500	100	100	300
(5)	0.08	400	100	100	400

(vi) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に  
量り、生理食塩液に溶かし、1mL中に約0.5単位を含む液を  
調製する。この液100 $\mu$ LにアンチトロンビンIII試液100 $\mu$ L、  
ヒト正常血漿100 $\mu$ L及び緩衝液700 $\mu$ Lを加え、試料溶液とす  
る。

(vii) 操作法 試験管に試料溶液400 $\mu$ Lを入れ、37℃で4分  
間加温する。これに活性化血液凝固X因子液200 $\mu$ Lを加えて  
よく混和し、37℃で正確に30秒間加温した後、あらかじめ  
37℃に加温した基質液400 $\mu$ Lを加えてよく混和する。37℃  
で正確に3分間加温した後、反応停止液600 $\mu$ Lを加え、直ち  
に混和する。この液につき、試料溶液400 $\mu$ Lに反応停止液  
600 $\mu$ L及び水600 $\mu$ Lを加えて混和したものを対照とし、紫外  
可視吸光度測定法 (2.24) により波長405nmにおける吸光度  
を測定する。ヘパリン標準溶液(1)、ヘパリン標準溶液(2)、  
ヘパリン標準溶液(3)、ヘパリン標準溶液(4)及びヘパリン標  
準溶液(5)を試料溶液と同様に操作して、紫外可視吸光度測  
定法 (2.24) により波長405nmにおける吸光度を測定する。

(viii) 計算法 ヘパリン標準溶液のヘパリン濃度と吸光度か  
ら検量線を作成し、試料溶液のヘパリン濃度Cを求め、次式  
により本品1mg中のヘパリン単位を計算する。

本品1mg中のヘパリン単位 =  $C \times 10 \times b/a$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品を生理食塩液に溶かし、1mL中に約0.5単位を含  
む液を製したときの全容量(mL)

(2) カルシウム 本品約50mgを精密に量り、水20mLに

### 3 ヘパリンカルシウム

189 溶かし、8mol/L水酸化カリウム試液2mLを加え、時々振り  
190 混ぜながら、3～5分間放置した後、NN指示薬0.1gを加え、  
191 直ちに0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウ  
192 ム液で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色  
193 が青色に変わるときとする。

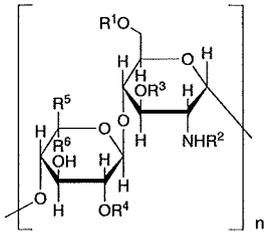
194 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
195 1mL  
196 =0.4008mg Ca

197 貯法 容器 気密容器。

1 ヘパリンナトリウム

1 ヘパリンナトリウム

2 Heparin Sodium



R<sup>1</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup> = SO<sub>3</sub>Na 又は H

R<sup>2</sup> = SO<sub>3</sub>Na 又は

R<sup>5</sup> = CO<sub>2</sub>Na, R<sup>6</sup> = H  
又は

R<sup>5</sup> = H, R<sup>6</sup> = CO<sub>2</sub>Na

3

4 [9041-08-1]

5 本品は、健康な食用獣の肝、肺又は腸粘膜から得たD-グ  
6 ルコサミン及びウロン酸(L-イイズロン酸又はD-グルクロン  
7 酸)の二糖単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのナト  
8 リウム塩である。本品は、血液の凝固を遅延する作用がある。  
9 肝又は肺から製したものは1mg中110ヘパリン単位以上、腸  
10 粘膜から製したものは1mg中130ヘパリン単位以上を含む。

11 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、表示単位の  
12 90~110%を含む。

13 本品は原料に用いた器官名を表示する。

14 性状 本品は白色~帯灰褐色の粉末又は粒で、においはない。

15 本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)又はジエチル  
16 エーテルにほとんど溶けない。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験 本品及び理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品  
19 1mgずつを水1mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。  
20 試料溶液及び標準溶液20μLずつをとり、次の条件で液体ク  
21 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行うとき、試料溶液  
22 及び標準溶液から得た主ピークの保持時間は等しい。

23 試験条件

24 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B、移  
25 動相の送液及び流量は純度試験(6)の試験条件を準用  
26 する。

27 システム適合性

28 システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準  
29 品1.0mgを水0.60mLに溶かした液90μL、過硫酸化コ  
30 ンドロイチン硫酸標準品0.10mgを水0.20mLに溶かし  
31 た液30μL及びデルマタン硫酸エステル1.0mgを水  
32 2.0mLに溶かした液30μLを混和する。この液20μLに  
33 つき、上記の条件で操作するとき、デルマタン硫酸エ  
34 ステル、ヘパリン、過硫酸化コンドロイチン硫酸の順  
35 に溶出し、デルマタン硫酸エステルとヘパリンとの分  
36 離度は1.0以上、ヘパリンと過硫酸化コンドロイチン  
37 硫酸との分離度は1.5以上である。

38 pH (2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは6.0~  
39 8.0である。

40 純度試験

41 (1) 性状 本品0.5gを水20mLに溶かすとき、液は無色~  
42 淡黄色澄明である。

43 (2) バリウム 本品は0.03gを水3.0mLに溶かし、試料溶  
44 液とする。試料溶液1.0mLに希硫酸3滴を加え、10分間放置  
45 するとき、液は混濁しない。

46 (3) 総窒素 本品を60℃で3時間減圧乾燥し、その約0.1g  
47 を精密に量り、窒素定量法 (1.08) によって試験を行うとき、  
48 窒素(N：14.01)の量は3.0%以下である。

49 (4) たん白質 (2)の試料溶液1.0mLにトリクロロ酢酸溶  
50 液(1→5)5滴を加えるとき、液は沈殿又は混濁を生じない。

51 (5) 過硫酸化コンドロイチン硫酸 本品20mgを核磁気共  
52 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  
53 リウム-d<sub>4</sub>の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→  
54 10000)0.60mLに溶かす。この液につき、3-トリメチルシ  
55 リルプロピオン酸ナトリウム-d<sub>4</sub>を内部基準物質として核磁  
56 気共鳴スペクトル測定法 (2.21) により、プロトン共鳴周波  
57 数400MHz以上の装置1.1を用いて<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ  
58 2.15±0.02ppmに過硫酸化コンドロイチン硫酸のN-アセチ  
59 ル基に由来するシグナルを認めないか、又は認めることがあ  
60 っても、<sup>13</sup>Cをデカップリングして測定するとき、そのシグ  
61 ナルは消失する。

62 試験条件

63 温度：25℃

64 スピニング：オフ

65 データポイント数：32768

66 スペクトル範囲：DHOのシグナルを中心に±6.0ppm

67 パルス角：90°

68 繰り返しパルス待ち時間：20秒

69 ダミーキャン：4回

70 積算回数：ヘパリンのN-アセチル基のプロトンのシグ  
71 ナルのSN比が1000以上得られる回数

72 ウィンドウ関数：指数関数(Line broadening factor =  
73 0.2Hz)

74 システム適合性

75 システムの性能：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準  
76 品20mgを核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチ  
77 ルシリルプロピオン酸ナトリウム-d<sub>4</sub>の核磁気共鳴ス  
78 ペクトル測定用重水溶液(1→10000)0.40mLに溶かし  
79 た液に、過硫酸化コンドロイチン硫酸標準品0.10mg  
80 を核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリ  
81 ルプロピオン酸ナトリウム-d<sub>4</sub>の核磁気共鳴スペクトル  
82 測定用重水溶液(1→10000)1.0mLに溶かした液  
83 0.20mLを加える。この液につき、上記の条件で操作  
84 するとき、δ 2.04±0.02ppmにヘパリンのN-アセチ  
85 ル基に由来するシグナルを、及びδ 2.15±0.02ppmに  
86 過硫酸化コンドロイチン硫酸のN-アセチル基に由来  
87 するシグナルを、それぞれ認める。

88 (6) 類縁物質 本品2.0mgを水0.1mLに溶かした液20μL  
89 を正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
90 により試験を行うとき、ヘパリンのピーク以降にピークを認  
91 めない。

92 試験条件

93 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：202nm)

94 カラム：内径2.0mm，長さ7.5cmのステンレス管に  
95 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエ  
96 チル基を結合した合成高分子を充てんする。  
97 カラム温度：35 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
98 移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4gを水  
99 1000mLに溶かし，薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 10)を加えて  
100 pH3.0に調整する。  
101 移動相B：リン酸二水素ナトリウム二水和物0.4g及び過  
102 塩素酸リチウム106.4gを水1000mLに溶かし，薄めた  
103 リン酸(1 $\rightarrow$ 10)を加えてpH3.0に調整する。  
104 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
105 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	90	10
3 ~ 15	90 $\rightarrow$ 0	10 $\rightarrow$ 100

106 流量：毎分0.2mL  
107 測定範囲：溶媒のピークの後からヘパリンの保持時間の  
108 2倍の範囲  
109 システム適合性

110 検出の確認：理化学試験用ヘパリンナトリウム標準品  
111 10mgを水0.40mLに溶かし，ヘパリンナトリウム標  
112 準原液とする。別に過硫酸化コンドロイチン硫酸標準  
113 品0.10mgを水0.20mLに溶かし，過硫酸化コンドロイ  
114 チン硫酸標準溶液とする。ヘパリンナトリウム標準原  
115 液60 $\mu$ L，過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液3 $\mu$ L  
116 及び水12 $\mu$ Lを混和した液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で  
117 操作するとき，過硫酸化コンドロイチン硫酸のピーク  
118 を認める。

119 システムの性能：ヘパリンナトリウム標準原液120 $\mu$ Lに  
120 過硫酸化コンドロイチン硫酸標準溶液30 $\mu$ Lを混和し，  
121 システム適合性試験用溶液とする。この液20 $\mu$ Lにつ  
122 き，上記の条件で操作するとき，ヘパリン，過硫酸化  
123 コンドロイチン硫酸の順に溶出し，その分離度は1.5  
124 以上である。

125 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 $\mu$ Lに  
126 つき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，過硫酸  
127 化コンドロイチン硫酸のピーク面積の相対標準偏差は  
128 2.0%以下である。

129 (7) ガラクトサミン 本品2.4mgを水/塩酸混液(7：  
130 5)1.0mLに溶かし，試料原液とする。D-グルコサミン塩酸  
131 塩8.0mgを水/塩酸混液(7：5)に溶かして正確に10mLとし  
132 た液99容量に，D-ガラクトサミン塩酸塩8.0mgを水/塩酸  
133 混液(7：5)に溶かして正確に10mLとした液1容量を加え，  
134 標準原液とする。試料原液及び標準原液500 $\mu$ Lずつを共栓試  
135 験管にとり，それぞれを密栓して100 $^{\circ}$ Cで6時間加熱する。  
136 これらの液を室温まで冷やし，100 $\mu$ Lずつをとり，減圧乾固  
137 する。それぞれの残留物にメタノール50 $\mu$ Lずつを加え，室  
138 温で減圧乾固する。それぞれの残留物を水10 $\mu$ Lずつに溶か  
139 し，アミノ安息香酸誘導体化試液40 $\mu$ Lずつを加え，80 $^{\circ}$ Cで  
140 1時間加熱する。これらの液を室温まで冷やし，減圧乾固す  
141 る。それぞれの残留物に，水及び酢酸エチル200 $\mu$ Lずつを加  
142 え，激しく振り混ぜ，遠心分離する。上層を除去し，それぞ

143 れの下層に酢酸エチル200 $\mu$ Lずつを加え，激しく振り混ぜ，  
144 遠心分離する。下層をそれぞれ試料溶液及び標準溶液とする。  
145 試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつにつき，次の条件で液体クロ  
146 マトグラフィー(2.0l)により試験を行うとき，試料溶液の  
147 グルコサミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク  
148 面積の比は，標準溶液のグルコサミンのピーク面積に対する  
149 ガラクトサミンのピーク面積の比より大きくない。

## 試験条件

150 検出器：蛍光光度計(励起波長：305nm，蛍光波長：  
151 360nm)  
152 カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に3 $\mu$ m  
153 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
154 リカゲルを充てんする。  
155 カラム温度：45 $^{\circ}$ C付近の一定温度  
156 移動相：水/トリフルオロ酢酸混液(1000：1)100mLに  
157 アセトニトリル100mLを加える。この液140mLを水  
158 /トリフルオロ酢酸混液(1000：1)860mLに加える。

159 流量：毎分1.0mL

160 面積測定範囲：注入後50分間

161 システム適合性

162 検出の確認：D-マンノサミン塩酸塩8.0mgを水/塩酸混  
163 液(7：5)10mLに溶かし，マンノサミン標準溶液とす  
164 る。標準原液/マンノサミン標準溶液混液(100：  
165 1)500 $\mu$ Lを共栓試験管にとり，密栓して100 $^{\circ}$ Cで6時  
166 間加熱する。この液を室温まで冷やし，100 $\mu$ Lをとり，  
167 減圧乾固する。残留物にメタノール50 $\mu$ Lを加え，室  
168 温で減圧乾固する。残留物を水10 $\mu$ Lに溶かし，アミ  
169 ノ安息香酸誘導体化試液40 $\mu$ Lを加え，80 $^{\circ}$ Cで1時間  
170 加熱する。この液を室温まで冷やし，減圧乾固する。  
171 残留物に，水及び酢酸エチル200 $\mu$ Lずつを加え，激し  
172 く振り混ぜ，遠心分離する。上層を除去し，下層に酢  
173 酸エチル200 $\mu$ Lを加え，激しく振り混ぜ，遠心分離し，  
174 下層をシステム適合性試験用溶液とする。この液5 $\mu$ L  
175 につき，上記の条件で試験するとき，グルコサミンの  
176 ピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面積の比  
177 は，0.7~2.0%である。

178 システムの性能：システム適合性試験用溶液5 $\mu$ Lにつき，  
179 上記の条件で試験するとき，グルコサミン，マンノサ  
180 ミン，ガラクトサミンの順に溶出し，グルコサミンと  
181 マンノサミンとの分離度及びマンノサミンとガラクト  
182 サミンとの分離度は，それぞれ1.5以上である。

183 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 $\mu$ Lにつ  
184 き，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルコサ  
185 ミンのピーク面積に対するガラクトサミンのピーク面  
186 積の比の相対標準偏差は4.0%以下である。

187 乾燥減量(2.41) 10%以下(20mg，減圧，60 $^{\circ}$ C，3時間)。

188 強熱残分(2.44) 40%以下(乾燥後，20mg)。

189 発熱性物質(4.04) ウサギの体重1kgにつき，本品の表示単位  
190 に従い，1mL中1000単位を含むように生理食塩液を加えて  
191 調製した液2.0mLを注射し，試験を行うとき，適合する。

## 定量法

192 (i) 基質液 N-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グル  
193 タミル( $\gamma$ -OR)-グリシル-L-アルギニル-p-ニトロア  
194 ニリド塩酸塩15mgを水20mLに溶解する。

3 ヘパリンナトリウム

- 197 (ii) アンチトロンビンⅢ液 ヒト由来アンチトロンビンⅢ  
 198 を水に溶かし、1mL中に1単位を含む液を調製する。  
 199 (iii) 活性化血液凝固X因子液 ウシ由来活性化血液凝固X  
 200 因子を水に溶かし、1mL中に0.426単位を含む液を調製する。  
 201 (iv) 緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-ブ  
 202 ロパンジオール6.06gを水750mLに溶かし、1mol/L塩酸試液  
 203 を加えてpHを8.4に調整した後、水を加えて1000mLとする。  
 204 (v) 反応停止液 酢酸(100)20mLに水を加え、40mLとす  
 205 る。  
 206 (vi) ヘパリン標準液 ヘパリンナトリウム標準品を生理食  
 207 塩液に溶かし、1mL中に10単位を含む液を調製し、標準原  
 208 液とする。標準原液100μLに緩衝液を加えて正確に5mLと  
 209 し、標準溶液とする。次の表に従い、標準溶液にアンチトロ  
 210 ンビンⅢ液、ヒト正常血漿及び緩衝液を加え、ヘパリン標準  
 211 液(1)、ヘパリン標準液(2)、ヘパリン標準液(3)、ヘパリン標  
 212 準液(4)及びヘパリン標準液(5)を調製する。

ヘパリン標準液 No. ヘパリン濃度 (単位/mL)	緩衝液 (μL)	アンチトロン ビンⅢ液(μL)	ヒト正常 血漿(μL)	標準溶液 (μL)
(1) 0	800	100	100	0
(2) 0.02	700	100	100	100
(3) 0.04	600	100	100	200
(4) 0.06	500	100	100	300
(5) 0.08	400	100	100	400

- 213 (vii) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に  
 214 量り、生理食塩液に溶かし、1mL中に約0.5単位を含む液を  
 215 調製する。この液100μLにアンチトロンビンⅢ液100μL、ヒ  
 216 ト正常血漿100μL及び緩衝液700μLを加え、試料溶液とする。  
 217 (viii) 操作法 試験管に試料溶液400μLを入れ、37℃で4分  
 218 間加温する。これに活性化血液凝固X因子液200μLを加えて  
 219 よく混和し、37℃で正確に30秒間加温した後、あらかじめ  
 220 37℃に加温した基質液400μLを加えてよく混和する。37℃  
 221 で正確に3分間加温した後、反応停止液600μLを加え、直ち  
 222 に混和する。別に試料溶液400μLに反応停止液600μL及び水  
 223 600μLを加えて混和したものを対照とし、波長405nmにお  
 224 ける吸光度を測定する。ヘパリン標準液(1)、ヘパリン標準  
 225 液(2)、ヘパリン標準液(3)、ヘパリン標準液(4)及びヘパリン  
 226 標準液(5)につき、同様に操作して、波長405nmにおける吸  
 227 光度を測定する。  
 228 (ix) 計算法 縦軸に吸光度を、横軸にヘパリン標準液のヘ  
 229 パリン濃度を取り、各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光  
 230 度をグラフ用紙にプロットし、検量線を作成する。この検量  
 231 線を用いて、試料溶液の吸光度からヘパリン濃度Cを求め、  
 232 次式により本品1mg中のヘパリン単位を計算する。

233 本品1mg中のヘパリン単位 =  $C \times 10 \times b / a$

234 a: 本品の秤取量(mg)

235 b: 本品を生理食塩液に溶かし、1mL中に約0.5単位を含  
 236 む液を製したときの全容量(mL)

237 貯法 容器 気密容器。

## 1 ヘパリンナトリウム注射液

### 1 ヘパリンナトリウム注射液

#### 2 Heparin Sodium Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示されたヘパリン単位の90～  
5 110%を含む。

6 本品はその製造に用いた「ヘパリンナトリウム」の原料の  
7 器官名を表示する。

8 製法 本品は「ヘパリンナトリウム」をとり、「生理食塩液」  
9 溶かし、注射剤の製法により製する。

10 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

11 pH (2.54) 5.5～8.0

#### 12 純度試験

13 (1) バリウム 本品の表示単位に従い「ヘパリンナトリウ  
14 ム」3000単位に対応する容量を正確に量り、水を加えて  
15 3.0mLとし、試料溶液とする。試料溶液1.0mLに希硫酸3滴  
16 を加え、10分間放置するとき、液は混濁しない。

17 (2) たん白質 「ヘパリンナトリウム」の純度試験(4)を  
18 準用する。

19 エンドトキシン (4.01) 0.0030EU/単位未満。

20 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

25 定量法 「ヘパリンナトリウム」の定量法を準用する。ただし、

26 (vii)試料溶液及び(ix)計算法は次のとおりとする。

27 試料溶液：本品の適量を正確に量り、その1mL中に約0.5  
28 単位を含むように生理食塩液を加えて薄める。この液  
29 100 $\mu$ LにアンチトロンビンIII液100 $\mu$ L、ヒト正常血漿  
30 100 $\mu$ L及び緩衝液700 $\mu$ Lを加え、試料溶液とする。

31 計算法：縦軸に吸光度を、横軸にヘパリン標準液のヘパ  
32 リン濃度をとり、各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光  
33 度をグラフ用紙にプロットし、検量線を作成する。この  
34 検量線を用いて、試料溶液の吸光度からヘパリン濃度 $C$   
35 を求め、次式により本品1mL中のヘパリン単位を計算  
36 する。

37 本品1mL中のヘパリン単位 $= C \times 10 \times b/a$

38  $a$ ：本品の秤取量(mL)

39  $b$ ：本品を生理食塩液に溶かし、1mL中に約0.5単位を含  
40 む液を製したときの全容量(mL)

#### 41 貯法

42 保存条件 遮光して保存する。

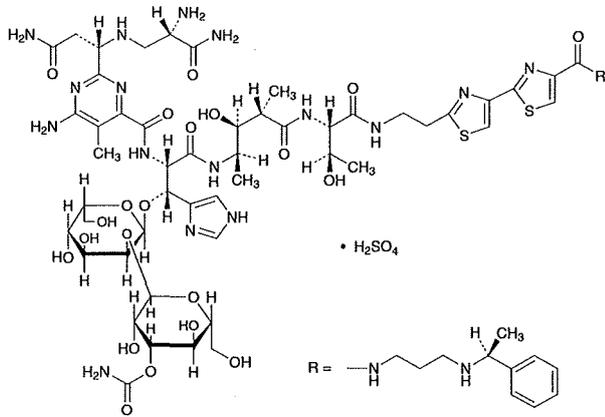
43 容器 密封容器。

1 ペプロマイシン硫酸塩

1 ペプロマイシン硫酸塩

2 Peplomycin Sulfate

3 硫酸ペプロマイシン



4

5  $C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2 \cdot H_2SO_4$  : 1571.67

6  $N^1$ -{3-[(1*S*)-(1-Phenylethyl)amino]propyl}bleomycinamide

7 monosulfate

8 [70384-29-1]

9 本品は、*Streptomyces verticillus*の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の硫酸塩である。

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり865～  
11 1010 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ペプロマイ  
12 シン( $C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2$  : 1473.59)としての量を質量(力価)で示  
13 す。

14 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

15 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶けな  
16 い。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品4mgを硫酸銅(II)試液5 $\mu$ L及び水に溶かし、  
20 100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
21 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
22 と本品の参照スペクトル又はペプロマイシン硫酸塩標準品に  
23 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、  
24 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

26 (2) 本品及びペプロマイシン硫酸塩標準品10mgを量り、  
27 それぞれを水6mLに溶かし、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→  
28 125)0.5mLずつを加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料  
29 溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグ  
30 ラフィー(2.01)により試験を行うとき、試料溶液から得た  
31 主ピークの保持時間は標準溶液から得た主ピークの保持時間  
32 と等しい。

33 試験条件

34 検出器、カラム、カラム温度、移動相原液、移動相A、  
35 移動相B、移動相の送液及び流量は、純度試験(3)の試  
36 験条件を準用する。

37 (3) 本品の水溶液(1→200)は硫酸塩の定性反応(1.09)の  
38 (1)及び(2)を呈する。

39

40 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  :  $-2 \sim -5$ (乾燥物に換算したもの  
41 0.1g, pH5.3の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液, 10mL, 100mm).  
42 pH(2.54) 本品0.10gを水20mLに溶かした液のpHは4.5～  
43 6.0である。

44 純度試験

45 (1) 溶状 本品80mgを水4mLに溶かすとき、液は無色澄  
46 明である。

47 (2) 銅 本品75mgを正確に量り、薄めた硝酸(1→  
48 100)10mLに溶かし、試料溶液とする。別に銅標準原液  
49 5.0mLをとり、薄めた硝酸(1→100)を加えて正確に100mL  
50 とする。この液3.0mLを薄めた硝酸(1→100)に加えて正確に  
51 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
52 き、次の条件で原子吸光光度法(2.23)により試験を行うと  
53 き、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない  
54 (200ppm以下)。

55 使用ガス:

56 可燃性ガス アセチレン

57 支燃性ガス 空気

58 ランプ: 銅中空陰極ランプ

59 波長: 324.8nm

60 (3) 類縁物質 本品約10mgを水6mLに溶かし、硫酸銅  
61 (II)五水和物溶液(1→125)0.5mLを加え、試料溶液とする。

62 試料溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
63 (2.01)により試験を行い、硫酸銅のピークの後に溶出する  
64 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  
65 法によりペプロマイシンのピーク以外のピークの量を求める  
66 とき、その合計は7.0%以下である。

67 試験条件

68 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

69 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に7 $\mu$ m  
70 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
71 リカゲルを充てんする。

72 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

73 移動相原液: 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム0.96g  
74 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水  
75 和物1.86gを水1000mLに溶かし、酢酸(100)5mLを加  
76 えた後、アンモニア試液を加えてpH4.3に調整する。

77 移動相A: 移動相原液/メタノール混液(9: 1)

78 移動相B: 移動相原液/メタノール混液(3: 2)

79 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
80 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	100 → 0	0 → 100
60 ~ 75	0	100

81 流量: 毎分1.2mL

82 面積測定範囲: 硫酸銅のピークの後からペプロマイシン  
83 溶出後20分の範囲

84 システム適合性

85 検出の確認: 試料溶液1mLを正確に量り、水を加えて  
86 正確に10mLとし、システム適合性試験用溶液とする。  
87 システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り、水を加  
88 えて正確に10mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たペ

## 2 ペプロマイシン硫酸塩

- 89 プロマイシンのピーク面積が、システム適合性試験用  
90 溶液10 $\mu$ Lから得たペプロマイシンのピーク面積の7~  
91 13%になることを確認する。
- 92 システムの性能：試料溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、ペプロマイシンのピークの理論段数及  
94 びシンメトリー係数は、それぞれ30000段以上、2.0  
95 以下である。
- 96 システムの再現性：試料溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、ペプロマイシンのピーク  
98 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 99 乾燥減量 (2.41) 3.0%以下(60mg, 減圧, 酸化リン(V),  
100 60°C, 3時間。ただし、試料の採取は吸湿を避けて行う)。
- 101 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  
102 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。
- 103 (i) 試験菌 *Mycobacterium smegmatis* ATCC 607を用  
104 いる。
- 105 (ii) 基層用カンテン培地, 種層用カンテン培地及び試験菌  
106 移植用カンテン培地 グリセリン10.0g, ペプトン10.0g, 肉  
107 エキス10.0g, 塩化ナトリウム3.0g, カンテン15.0g及び水  
108 1000mLを混和し, 滅菌する。ただし, 滅菌後のpHは水酸  
109 化ナトリウム試液を加えて6.9~7.1とする。
- 110 (iii) 試験菌浮遊用液状培地 グリセリン10.0g, ペプトン  
111 10.0g, 肉エキス10.0g, 塩化ナトリウム3.0g及び水1000mL  
112 を混和し, 滅菌する。ただし, 滅菌後のpHは水酸化ナトリ  
113 ウム試液を加えて6.9~7.1とする。
- 114 (iv) 種層カンテン培地の調製 試験菌を斜面とした試験菌  
115 移植用カンテン培地を用いて27°Cで40~48時間培養する。  
116 この菌を試験菌浮遊用液状培地100mLに移植し, 25~27°C  
117 で5日間振とう培養し, 試験菌液とする。試験菌液は5°C以  
118 下に保存し, 14日以内に使用する。試験菌液0.5mLを,  
119 48°Cに保った種層用カンテン培地100mLに加え, 十分に混  
120 合し, 種層カンテン培地とする。
- 121 (v) 円筒カンテン平板の調製 「1.7円筒カンテン平板の  
122 調製」を準用する。ただし, ペトリ皿に加える基層用カンテ  
123 ン培地の量は5.0mL, また, 種層カンテン培地の量は8.0mL  
124 とする。
- 125 (vi) 標準溶液 ペプロマイシン硫酸塩標準品約20mg(力価)  
126 に対応する量を精密に量り, pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝  
127 液に溶かして正確に100mLとし, 標準原液とする。標準原  
128 液は5°C以下に保存し, 15日以内に使用する。用時, 標準原  
129 液適量を正確に量り, pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加  
130 えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)及び2 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し, 高  
131 濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。
- 132 (vii) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
133 り, pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に  
134 100mLとする。この液適量を正確に量り, pH6.8の  
135 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4 $\mu$ g(力価)及び  
136 2 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し, 高濃度試料溶液及び低濃度試  
137 料溶液とする。
- 138 貯法 容器 気密容器。

1 注射用ペプロマイシン硫酸塩

1 注射用ペプロマイシン硫酸塩

2 Peplomycin Sulfate for Injection

3 注射用硫酸ペプロマイシン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～115.0%に  
6 対応するペプロマイシン( $C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2$  : 1473.59)を含む。

7 製法 本品は「ペプロマイシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は白色の軽質の塊又は粉末である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「ペプロマイシン硫酸塩」  
11 10mg(力価)に対応する量を取り、硫酸銅(II)試液15 $\mu$ L及び  
12 水に溶かし、2mLとする。この液をカラム(75～150 $\mu$ mのカ  
13 ラムクロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂(CI  
14 型)15mLを内径15mm、長さ15cmのクロマトグラフィー管  
15 に注入して調製したもの)に入れ、流出させる。次に毎分  
16 2.5mLで水を用いてカラムを洗い、約30mLの流出液をとる。  
17 流出液に水を加えて250mLとした液につき、紫外可視吸光  
18 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波  
19 長242～246nm及び291～295nmに吸収の極大を示す。また  
20 波長243nm及び293nmにおける吸光度 $A_1$ 及び $A_2$ を測定する  
21 とき、 $A_1/A_2$ は1.20～1.30である。

22 浸透圧比 別に規定する。

23 pH(2.54) 本品の表示量に従い「ペプロマイシン硫酸塩」  
24 50mg(力価)に対応する量を取り、水10mLに溶かした液の  
25 pHは4.5～6.0である。

26 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ペプロマイシン硫酸  
27 塩」10mg(力価)に対応する量を取り、水10mLに溶かすとき、  
28 液は無色澄明である。

29 乾燥減量(2.41) 4.0%以下(60mg、減圧、酸化リン(V)、  
30 60 $^{\circ}$ C、3時間。ただし、試料の採取は吸湿を避けて行う)。

31 エンドトキシン(4.01) 1.5EU/mg(力価)未満。

32 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

33 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

34 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

37 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
38 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

39 (i) 試験菌、培地、試験菌浮遊用液状培地、種層カンテン  
40 培地の調製、円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は「ペプ  
41 ロマイシン硫酸塩」の定量法を準用する。

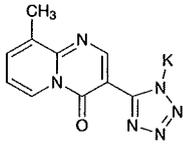
42 (ii) 試料溶液 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密  
43 に量る。「ペプロマイシン硫酸塩」約10mg(力価)に対応す  
44 る量を精密に量り、pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶か  
45 し、正確に100mLとする。この液適量を正確に量り、  
46 pH6.8の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に4 $\mu$ g(力  
47 価)及び2 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低  
48 濃度試料溶液とする。

49 貯法 容器 密封容器。

# 1 ペミロラストカリウム

## 1 ペミロラストカリウム

### 2 Pemirolast Potassium



4 C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O : 266.30

5 Monopotassium 5-(9-methyl-4-oxo-4H-pyrido[1,2-a]pyrimidin-3-

6 yl)-1H-tetrazol-1-ide

7 [100299-08-9]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品は水に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

13 本品は水酸化カリウム試液に溶ける。

14 融点：約322℃(分解)。

#### 15 確認試験

16 (1) 本品の薄めた水酸化カリウム試液(1→10000)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ペミロラストカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

27 (3) 本品はカリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

#### 28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かすとき、液は澄明である。

31 (2) 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1.0mLを加える(20ppm以下)。

34 (3) 類縁物質 本品50mgをpH8.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3:2)50mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3:2)を加えて正確に100mLとする。この液2.5mLを正確に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3:2)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、試料溶液のペミロラスト以外のピークの面積は、標準溶液のペミロラストのピーク面積より大きくない。

#### 45 試験条件

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

48 面積測定範囲：ペミロラストの保持時間の約9倍の範囲  
49 システム適合性

50 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、pH8.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3:2)を加えて正確に25mLとする。この液10μLから得たペミロラストのピーク面積が、標準溶液のペミロラストのピーク面積の15~25%になることを確認する。

55 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、ペミロラストのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.7以下である。

59 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペミロラストのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

62 (4) 残留溶媒 別に規定する。

63 水分(2.48) 0.5%以下(0.1g, 電量滴定法)。

64 定量法 本品及びペミロラストカリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約50mgずつを精密に量り、それぞれをpH8.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3:2)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ずつを正確に加えた後、pH8.0のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3:2)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ペミロラストのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

74 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の量(mg)

$$75 = M_S \times Q_T / Q_S$$

76  $M_S$ ：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤  
77 取量(mg)

78 内標準溶液 アミノ安息香酸エチルのメタノール溶液  
(1→1000)

#### 80 試験条件

81 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

82 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。

85 カラム温度：25℃付近の一定温度

86 移動相：水/メタノール/酢酸(100)混液(30:20:1)

87 流量：ペミロラストの保持時間が約5分になるように調整する。

#### 89 システム適合性

90 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、ペミロラスト、内標準物質の順に溶出し、その分離度は5以上である。

93 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ペミロラストのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

#### 97 貯法

98 保存条件 遮光して保存する。

99 容器 気密容器。

# 1 ペミロラストカリウム錠

## 1 ペミロラストカリウム錠

### 2 Pemirolast Potassium 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 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O : 266.30)を含む。

5 製法 本品は「ペミロラストカリウム」をとり、錠剤の製法に  
6 より製する。

7 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  
8 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長255~  
9 259nm及び355~359nm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、ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)5mg  
13 当たり水50mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまで振り混ぜ  
14 る。1mL中にペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)約50µgを  
15 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。  
16 初めのろ液10mLを除き、次のろ液10mLを正確に量り、薄  
17 めた水酸化カリウム試液(1→100)1mLを加えた後、水を加  
18 えて正確に50mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用  
19 する。

20 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の量(mg)

$$21 = M_s \times A_T / A_S \times V / 400$$

22 M<sub>s</sub>: 脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤  
23 取量(mg)

24 溶出性 (6.10) 試験液にpH5.0のリン酸水素二ナトリウム・  
25 クエン酸緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分50回  
26 転で試験を行うとき、5mg錠の45分間の溶出率は75%以上  
27 であり、10mg錠の60分間の溶出率は70%以上である。

28 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
29 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
30 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
31 正確に量り、表示量に従い1mL中にペミロラストカリウム  
32 (C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)約5.6µgを含む液となるように試験液を加えて  
33 正確にV' mLとする。この液4mLを正確に量り、薄めた水  
34 酸化カリウム試液(1→10)2mLを正確に加え、試料溶液とす  
35 る。別にペミロラストカリウム標準品(別途「ペミロラスト  
36 カリウム」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約  
37 28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
38 の液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。更  
39 にこの液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとする。  
40 この液4mLを正確に量り、薄めた水酸化カリウム試液(1→  
41 10)2mLを正確に加え、標準溶液とする。以下定量法を準用  
42 する。

43 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の表示量に対する溶出率  
44 (%)

$$45 = M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

46 M<sub>s</sub>: 脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤  
47 取量(mg)

48 C: 1錠中のペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の表示量  
49 (mg)

50 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
51 とする。ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)約5mgに対応す  
52 る量を精密に量り、水50mLを加えて20分間よく振り混ぜた  
53 後、水を加えて正確に100mLとし、ろ過する。初めのろ液  
54 10mLを除き、次のろ液10mLを正確に量り、薄めた水酸化  
55 カリウム試液(1→100)1mLを加え、水を加えて正確に50mL  
56 とし、試料溶液とする。別にペミロラストカリウム標準品  
57 (別途「ペミロラストカリウム」と同様の方法で水分 (2.48)  
58 を測定しておく)約20mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
59 100mLとする。この液5mLを正確に量り、薄めた水酸化カ  
60 リウム試液(1→100)1mLを加え、水を加えて正確に100mL  
61 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を  
62 対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行い、  
63 波長357nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

64 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の量(mg)

$$65 = M_s \times A_T / A_S \times 1 / 4$$

66 M<sub>s</sub>: 脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤  
67 取量(mg)

68 貯法

69 保存条件 遮光して保存する。

70 容器 気密容器。

1 シロップ用ペミロラストカリウム

1 シロップ用ペミロラストカリウム

2 Pemirolast Potassium for Syrup

3 本品は用時溶解して用いるシロップ剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

5 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O：266.30)を含む。

6 製法 本品は「ペミロラストカリウム」をとり、シロップ用剤  
7 の製法により製する。

8 確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定

9 法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長255～  
10 259nm及び355～359nmに吸収の極大を示す。

11 pH 別に規定する。

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

14 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、水に溶かし、  
15 1mL中にペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)約50μgを含む  
16 液となるように水を加えて正確にV mLとする。この液  
17 10mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、試料溶  
18 液とする。以下定量法を準用する。

19 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の量(mg)

$$20 = M_s \times A_T / A_S \times V / 400$$

21 M<sub>s</sub>：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤  
22 取量(mg)

23 定量法 本品を粉末とし、ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)

24 約5mgに対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に  
25 100mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確

26 に50mLとし、試料溶液とする。別にペミロラストカリウム  
27 標準品(別途「ペミロラストカリウム」と同様の方法で水分

28 (2.48)を測定しておく)約20mgを精密に量り、水に溶かし、  
29 正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加え

30 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
31 溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行

32 い、波長357nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

33 ペミロラストカリウム(C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>KN<sub>6</sub>O)の量(mg)

$$34 = M_s \times A_T / A_S \times 1 / 4$$

35 M<sub>s</sub>：脱水物に換算したペミロラストカリウム標準品の秤  
36 取量(mg)

37 貯法

38 保存条件 遮光して保存する。

39 容器 気密容器。

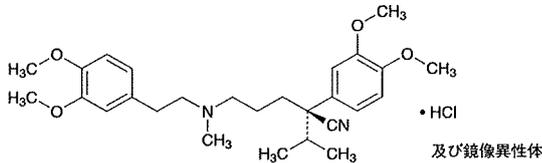
1 ベラパミル塩酸塩

1 ベラパミル塩酸塩

2 Verapamil Hydrochloride

3 塩酸イプロベラトリン

4 塩酸ベラパミル



5

6  $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ : 491.06

7 (2*RS*)-5-[(3,4-Dimethoxyphenethyl)methylamino]-2-(3,4-

8 dimethoxyphenyl)-2-(1-methylethyl)pentanenitrile

9 monohydrochloride

10 [152-11-4]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、ベラパミル塩酸塩  
12 ( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

14 本品はメタノール、酢酸(100)又はクロロホルムに溶けや  
15 すく、エタノール(95)又は無水酢酸にやや溶けやすく、水に  
16 やや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→50)2mLにライネック塩試液5滴を  
19 加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

20 (2) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫  
21 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
23 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
24 認める。

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 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  
27 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
28 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (4) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
30 する。

31 融点(2.60) 141~145°C

32 pH(2.54) 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに加  
33 温して溶かし、冷却した液のpHは4.5~6.5である。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに加温して溶かすとき、液  
36 は無色澄明である。

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

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

42 (4) 類縁物質 本品0.50gをクロロホルム10mLに溶かし、  
43 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
44 を加えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液  
45 5mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に100mLと  
46 し、標準溶液(1)とする。別に標準原液5mLを正確に量り、  
47 クロロホルムを加えて正確に50mLとし、標準溶液(2)とする。

48 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
49 試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)10μLず  
50 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  
51 2枚の薄層板にスポットする。1枚の薄層板はシクロヘキサ  
52 ン/ジエチルアミン混液(17:3)を展開溶媒として約15cm展  
53 開し、風乾した後、110°Cで1時間乾燥する。冷却した後、  
54 塩化鉄(III)・ヨウ素試液を均等に噴霧し、直ちに観察すると  
55 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  
56 濃い方から3個のスポットは、標準溶液(2)から得たスポッ  
57 トより濃くない。その他のスポットは標準溶液(1)から得たス  
58 ポットより濃くない。残りの薄層板はトルエン/メタノール  
59 /アセトン/酢酸(100)混液(14:4:1:1)を展開溶媒として、  
60 同様に試験を行う。

61 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

62 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

63 定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、無水酢酸/  
64 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
65 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
66 補正する。

67 0.1mol/L過塩素酸1mL=49.11mg  $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$

68 貯法

69 保存条件 遮光して保存する。

70 容器 密閉容器。

# 1 ベラパミル塩酸塩錠

## 1 ベラパミル塩酸塩錠

2 Verapamil Hydrochloride Tablets

3 塩酸ベラパミル錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 ベラパミル塩酸塩( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ : 491.06)を含む。

6 製法 本品は「ベラパミル塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験

9 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ベラパミル塩酸塩」  
10 0.2gに対応する量を取り、0.02mol/L塩酸試液70mLを加え、  
11 60℃の水浴中で時々振り混ぜる。冷後、0.02mol/L塩酸試液  
12 を加えて100mLとした後、ろ過する。ろ液3mLにライネッ  
13 ケ塩試液数滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

14 (2) (1)のろ液2mLに0.02mol/L塩酸試液を加え、100mL  
15 とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
16 スペクトルを測定するとき、波長227～231nm及び276～  
17 280nmに吸収の極大を示す。

18 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  
19 き、適合する。

20 本品1個をとり、0.02mol/L塩酸試液70mLを加え、60℃の  
21 水浴中で30分間時々振り混ぜながら崩壊させた後、更に5分  
22 間抽出する。冷後、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に  
23 100mLとした後、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次の  
24 ろ液 $V$  mLを正確にとり、1mL中にベラパミル塩酸塩  
25 ( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )約40 $\mu$ gを含む液となるように0.02mol/L  
26 塩酸試液を加え、正確に $V'$  mLとし、試料溶液とする。以  
27 下定量法を準用する。

28 ベラパミル塩酸塩( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$29 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 25$$

30  $M_S$ : 定量用塩酸ベラパミルの秤取量(mg)

31 定量法 本品10個をとり、0.02mol/L塩酸試液140mLを加え、  
32 60℃の水浴中で約30分間時々振り混ぜながら崩壊させた後、  
33 更に5分間抽出する。冷後、0.02mol/L塩酸試液を加えて正  
34 確に200mLとした後、ろ過する。初めのろ液20mLを除いた  
35 後、ベラパミル塩酸塩( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )約4mgに対応する  
36 容量のろ液を正確にとり、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確  
37 に100mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ベラパミ  
38 ルを105℃で2時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、  
39 0.02mol/L塩酸試液70mLを加え、60℃の水浴中で時々振り  
40 混ぜながら溶かす。冷後、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確  
41 に100mLとする。この4mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試  
42 液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
43 及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
44 試験を行い、波長278nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定す  
45 る。

46 ベラパミル塩酸塩( $C_{27}H_{38}N_2O_4 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$47 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 25$$

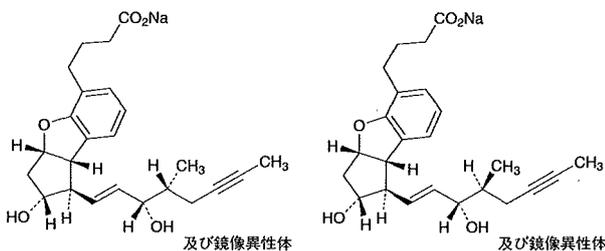
48  $M_S$ : 定量用塩酸ベラパミルの秤取量(mg)

49 貯法 容器 気密容器。

1 ベラプロストナトリウム

1 ベラプロストナトリウム

2 Beraprost Sodium



3  
4  $C_{24}H_{29}NaO_5$  : 420.47  
5 Monosodium(1*RS*,2*RS*,3*aSR*,8*bSR*)-2,3,3*a*,8*b*-tetrahydro-2-hydroxy-  
6 1-[(1*E*,3*SR*,4*RS*)-3-hydroxy-4-methyloct-1-en-6-yn-1-yl]-1*H*-  
7 cyclopenta[*b*]benzofuran-5-butanoate  
8 Monosodium(1*RS*,2*RS*,3*aSR*,8*bSR*)-2,3,3*a*,8*b*-tetrahydro-2-hydroxy-  
9 1-[(1*E*,3*SR*,4*SR*)-3-hydroxy-4-methyloct-1-en-6-yn-1-yl]-1*H*-  
10 cyclopenta[*b*]benzofuran-5-butanoate  
11 [88475-69-8]

12 本品を乾燥したものは定量するとき、ベラプロストナトリウム( $C_{24}H_{29}NaO_5$ )98.5~101.0%を含む。

13 性状 本品は白色の粉末である。

14 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。

15 本品は吸湿性である。

16 本品の水溶液(1→200)は旋光性を示さない。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(3→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。

19 (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長のところに同様の強度の吸収を認める。

20 (3) 本品のメタノール溶液(1→1000)はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

21 純度試験

22 (1) 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。試料溶液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、ベラプロストの2つのピークのうち、後に溶出するピークに対する相対保持時間約0.5のピーク、相対保持時間約1.7に近接して現れる2つのピーク及び相対保持時間約2.0に近接して現れる2つのピークはそれぞれ0.2%以下、相対保持時間約1.2のピークは0.3%以下であり、ベラプロストの2つのピーク及び上記以外のピークは面積は0.1%未満である。また、ベラプロストの2つのピーク以外のピークの合計面積は1.5%以下である。

23 試験条件

24 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)  
25 カラム：内径4mm、長さ25cm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。  
26 カラム温度：35℃付近の一定温度  
27 移動相A：水/アセトニトリル/メタノール/酢酸(100)混液(640：330：30：1)  
28 移動相B：アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(900：100：1)  
29 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	100	0
30 ~ 45	100 → 56	0 → 44
45 ~ 60	56	44
60 ~ 70	56 → 0	44 → 100
70 ~ 80	0	100

30 流量：ベラプロストの2つのピークのうち、後に溶出するピークの保持時間が約23分になるように調整する。  
31 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後80分まで  
32 システム適合性

33 検出の確認：試料溶液1mLを量り、メタノールを加えて20mLとする。この液1mLを量り、メタノールを加えて20mLとし、システム適合性試験用溶液とする。この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に10mLとする。この液15μLから得たベラプロストの2つのピーク面積の和が、システム適合性試験用溶液のベラプロストの2つのピーク面積の和の14~26%になることを確認する。

34 システムの性能：システム適合性試験用溶液15μLにつき、上記の条件で操作するとき、ベラプロストの2つのピークの分離度は1.5以上である。

35 システムの再現性：システム適合性試験用溶液15μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ベラプロストの2つのピーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である。

36 (2) 残留溶媒 別に規定する。

37 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(0.5g、減圧・0.67kPa以下、シリカゲル、60℃、5時間)。

38 異性体比 本品10mgをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液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。保持時間25分付近のピーク面積 $A_a$ 及び保持時間27分付近のピーク面積 $A_b$ を測定するとき、 $A_b/A_a$ は0.90~1.10である。

39 試験条件

40 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285nm)  
41 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。  
42 カラム温度：40℃付近の一定温度  
43 移動相：メタノール/水/酢酸(100)混液(600：400：1)  
44 流量：ベラプロストの2つのピークのうち、後に溶出するピークの保持時間が約27分になるように調整する。

## 2 ベラプロストナトリウム

- 92 システム適合性
- 93 システムの性能：試料溶液15 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 94 操作するとき、ベラプロストの2つのピークの分離度
- 95 は1.2以上である。
- 96 システムの再現性：試料溶液15 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 97 で試験を6回繰り返すとき、ベラプロストの2つのピ
- 98 ーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 99 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、新たに煮沸
- 100 して冷却した水で薄めたエタノール(7→10)30mLに溶かし、
- 101 0.2mol/L塩酸試液2mLを正確に加え、0.025mol/L水酸化ナ
- 102 トリウム・エタノール(99.5)液で第一当量点から第二当量点
- 103 まで滴定(2.50)する(電位差滴定法)。
- 104 0.025mol/L水酸化ナトリウム・エタノール(99.5)液1mL
- 105 =10.51mg  $C_{24}H_{29}NaO_5$
- 106 貯法
- 107 保存条件 遮光して保存する。
- 108 容器 気密容器。

1 ベラプロストナトリウム錠

1 ベラプロストナトリウム錠

2 Beraprost Sodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
4 ベラプロストナトリウム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>: 420.47)を含む。

5 製法 本品は「ベラプロストナトリウム」をとり、錠剤の製法  
6 により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ベラプロストナ  
8 リウム」0.2mgに対応する量を取り、水10mLを加えて振り  
9 混ぜた後、孔径0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過  
10 する。ろ液に0.1mol/L塩酸試液1mLを加え、酢酸エチル  
11 50mLずつで2回抽出し、抽出液を合わせ、40°Cで減圧留去  
12 する。残留物をメタノール1mLに溶かし、試料溶液とする。  
13 別にベラプロストナトリウム1mgをメタノール5mLに溶か  
14 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ  
15 フィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
16 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  
17 調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル11容量、  
18 水10容量、イソオクタン4容量及び酢酸(100)2容量を激しく  
19 振り混ぜ、上層を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層  
20 板を風乾し、120°Cで30分間加熱する。冷後、エタノール  
21 (99.5)/水/硫酸/4-メトキシベンズアルデヒド混液(17:  
22 2:1:1)を均等に噴霧した後、120°Cで3分間加熱するとき、  
23 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  
24 のR<sub>f</sub>値は等しい。

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

27 本品1個をとり、1mL中にベラプロストナトリウム  
28 (C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)約2µgを含む液となるように内標準溶液V mL  
29 を正確に加え、30°Cで30分間振り混ぜた後、孔径0.45µm以  
30 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。  
31 以下定量法を準用する。

32 ベラプロストナトリウム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)の量(mg)  
33 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10000$$

34 M<sub>S</sub>: 定量用ベラプロストナトリウムの秤取量(mg)

35 内標準溶液 水/4-イソプロピルフェノールのメタノ  
36 ル溶液(1→250000)混液(1:1)

37 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
38 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
39 85%以上である。

40 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
41 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
42 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
43 正確に量り、表示量に従い1mL中にベラプロストナトリウ  
44 ム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)約22ngを含む液となるように水を加えて正  
45 確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用ベラプロス  
46 トナトリウムをシリカゲルを乾燥剤として60°Cで5時間減圧  
47 (0.67kPa以下)乾燥し、その約20mgを精密に量り、メタノ  
48 ルに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量  
49 り、水を加えて正確に200mLとする。更にこの液2mLを正  
50 確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。  
51 試料溶液及び標準溶液200µLずつを正確にとり、次の条件で

52 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
53 れの液のベラプロストの2つのピーク面積の和A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
54 定する。

55 ベラプロストナトリウム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)の表示量に対する溶  
56 出率(%)

$$57 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 100$$

58 M<sub>S</sub>: 定量用ベラプロストナトリウムの秤取量(mg)

59 C: 1錠中のベラプロストナトリウム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)の表示  
60 量(mg)

61 試験条件

62 検出器、カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準  
63 用する。

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

67 流量: ベラプロストの2つのピークのうち、先に溶出す  
68 るピークの保持時間が約10分になるように調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能: 標準溶液200µLにつき、上記の条件で  
71 操作するとき、ベラプロストの2つのピークの分離度  
72 は1.2以上である。

73 システムの再現性: 標準溶液200µLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、ベラプロストの2つのピ  
75 ーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
77 とする。ベラプロストナトリウム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)約40µgに対  
78 応する量を精密に量り、内標準溶液20mLを正確に加え、  
79 30°Cで30分間振り混ぜた後、孔径0.45µm以下のメンブラン  
80 フィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用ベ  
81 ラプロストナトリウムをシリカゲルを乾燥剤として60°Cで5  
82 時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
83 メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを  
84 正確に量り、メタノールを加えて正確に200mLとする。こ  
85 の液4mLを正確に量り、40°Cでメタノールを減圧留去する。  
86 残留物に内標準溶液20mLを正確に加えて溶かし、標準溶液  
87 とする。試料溶液及び標準溶液20µLにつき、次の条件で液  
88 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物  
89 質のピーク面積に対するベラプロストの2つのピーク面積の  
90 和の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

91 ベラプロストナトリウム(C<sub>24</sub>H<sub>29</sub>NaO<sub>5</sub>)の量(mg)

$$92 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 500$$

93 M<sub>S</sub>: 定量用ベラプロストナトリウムの秤取量(mg)

94 内標準溶液 水/4-イソプロピルフェノールのメタノ  
95 ル溶液(1→250000)混液(1:1)

96 試験条件

97 検出器: 蛍光光度計(励起波長: 285nm, 蛍光波長:  
98 614nm)

99 カラム: 内径6mm、長さ15cmのステンレス管に5µmの  
100 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
101 カゲルを充てんする。

102 カラム温度: 40°C付近の一定温度

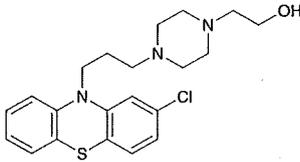
## 2 ベラプロストナトリウム錠

- 103 移動相：メタノール／水／酢酸(100)混液(650：350：1)  
104 流量：ベラプロストの2つのピークのうち、先に溶出す  
105 るピークの保持時間が約15分になるように調整する。  
106 システム適合性  
107 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
108 操作するとき、内標準物質、ベラプロストの順に溶出  
109 し、内標準物質とベラプロストの2つのピークのうち、  
110 先に溶出するピークの分離度は11以上及びベラプロ  
111 ストの2つのピークの間隔は1.5以上である。  
112 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
113 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
114 に対するベラプロストの2つのピーク面積の和の比の  
115 相対標準偏差は2.0%以下である。  
116 貯法 容器 密閉容器。

1 ペルフェナジン

1 ペルフェナジン

2 Perphenazine



3  
4  $C_{21}H_{26}ClN_3OS$  : 403.97  
5 2-{4-[3-(2-Chloro-10H-phenothiazin-  
6 10-yl)propyl]piperazin-1-yl}ethanol  
7 [58-39-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ペルフェナジン  
9 ( $C_{21}H_{26}ClN_3OS$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、にお  
11 はなく、味は苦い。

12 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、酢酸  
13 (100)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにく  
14 く、水にほとんど溶けない。

15 本品は希塩酸に溶ける。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 確認試験

18 (1) 本品5mgを硫酸5mLに溶かすとき、液は赤色を呈す  
19 る。次にこの液を加温するとき、濃赤紫色となる。

20 (2) 本品0.2gをメタノール2mLに溶かし、この液を2,4,6  
21 -トリニトロフェノールの温メタノール溶液(1→25)10mL  
22 に加えて4時間放置する。結晶をろ取り、少量のメタノール  
23 で洗った後、105℃で1時間乾燥したものの融点(2.60)は  
24 237～244℃(分解)である。

25 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき、紫  
26 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
27 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1又はペルフェナ  
28 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  
29 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  
30 強度の吸収を認める。また、この液10mLに水10mLを加え  
31 た液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
32 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  
33 2又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られ  
34 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  
35 のところに同様の強度の吸収を認める。

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

38 融点(2.60) 95～100℃

39 純度試験

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

43 (2) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い、  
44 窒素気流中で行う。本品0.10gをエタノール(95)10mLに溶か  
45 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール  
46 (95)を加えて正確に10mLとする。この液1mLを正確に量  
47 り、エタノール(95)を加えて正確に20mLとし、標準溶液と

48 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)  
49 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層  
50 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  
51 した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/1mol/Lア  
52 ンモニア試液混液(5:1)を展開溶媒として約12cm展開した  
53 後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射  
54 するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、  
55 標準溶液から得たスポットより濃くない。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 65℃,  
57 4時間)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
60 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
61 (指示薬:クリスタルバイオレット試液3滴)。ただし、滴定  
62 の終点は液の紫色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする。  
63 同様の方法で空試験を行い、補正する。

64 0.1mol/L過塩素酸1mL=20.20mg  $C_{21}H_{26}ClN_3OS$

65 貯法

66 保存条件 遮光して保存する。

67 容器 気密容器。

# 1 ペルフェナジン錠

## 1 ペルフェナジン錠

### 2 Perphenazine Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対するペ  
4 ルフェナジン(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS : 403.97)を含む。

5 製法 本品は「ペルフェナジン」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「ペルフェナジン」  
9 25mgに対応する量を取り、メタノール10mLを加え、よく  
10 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液2mLを水浴上で蒸発乾固し、  
11 残留物につき、「ペルフェナジン」の確認試験(1)を準用す  
12 る。

13 (2) (1)のろ液5mLをとり、この液を2,4,6-トリニトロフ  
14 ェノール酸の温メタノール溶液(1→25)10mLに加え、以下  
15 「ペルフェナジン」の確認試験(2)を準用する。

16 (3) 定量法のろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)  
17 により吸収スペクトルを測定するとき、波長309～313nmに  
18 吸収の極大を示す。また、この液10mLにメタノール30mL  
19 を加えた液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長  
20 256～260nmに吸収の極大を示す。

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

23 本品1個をとり、水5mLを加えて崩壊するまで振り混ぜる。  
24 次にメタノール70mLを加え、よく振り混ぜた後、メタノ  
25 ールを加えて正確に100mLとする。この液を遠心分離し、上  
26 澄液V mLを正確に量り、1mL中にペルフェナジン  
27 (C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS)約4μgを含む液となるようにメタノールを加  
28 え、正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にペルフェナ  
29 ジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として65℃で4時間減圧  
30 乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノールに溶かし、  
31 正確に250mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノ  
32 ールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
33 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試  
34 験を行い、波長258nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

35 ペルフェナジン(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS)の量(mg)

$$36 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 25$$

37 M<sub>S</sub> : ペルフェナジン標準品の秤取量(mg)

38 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
39 ル法により、毎分100回転で試験を行うとき、本品の90分間  
40 の溶出率は70%以上である。

41 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
42 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
43 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液  
44 とする。別にペルフェナジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤  
45 として65℃で4時間減圧乾燥し、その約10mgを精密に量り、  
46 0.1mol/L塩酸試液5mLに溶かした後、試験液を加えて正確  
47 に250mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を加え  
48 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
49 溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行  
50 い、波長255nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

51 ペルフェナジン(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS)の表示量に対する溶出率(%)  
52  $= M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 36$

53 M<sub>S</sub> : ペルフェナジン標準品の秤取量(mg)

54 C : 1錠中のペルフェナジン(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS)の表示量(mg)

55 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
56 とする。ペルフェナジン(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS)約4mgに対応する  
57 量を精密に量り、メタノール70mLを加え、よく振り混ぜた  
58 後、メタノールを加えて正確に100mLとし、ろ過する。初  
59 めのろ液20mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、メタノ  
60 ールを加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にペル  
61 フェナジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として65℃で4時  
62 間減圧乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノールに溶  
63 かし、正確に250mLとする。この液5mLを正確に量り、メ  
64 タノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料  
65 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) に  
66 により試験を行い、波長258nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
67 定する。

68 ペルフェナジン(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS)の量(mg)

$$69 = M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$$

70 M<sub>S</sub> : ペルフェナジン標準品の秤取量(mg)

### 71 貯法

72 保存条件 遮光して保存する。

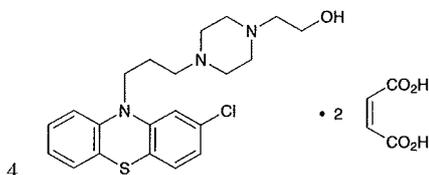
73 容器 気密容器。

1 ペルフェナジンマレイン酸塩

1 ペルフェナジンマレイン酸塩

2 Perphenazine Maleate

3 マレイン酸ペルフェナジン



5  $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$  : 636.11

6 2-[4-[3-(2-Chlorophenothiazin-10-yl)propyl]piperazin-

7 1-yl]ethanol dimaleate

8 [58-39-9, ペルフェナジン]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ペルフェナジンマレ  
10 イン酸塩( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはない。

12 本品は酢酸(100)にやや溶けにくく、水又はエタノール  
13 (95)に溶けにくく、クロロホルムにほとんど溶けない。

14 本品は希塩酸に溶ける。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 融点：約175°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品8mgを硫酸5mLに溶かすとき、液は赤色を呈す  
19 る。次にこの液を加温するとき、濃赤紫色となる。

20 (2) 本品0.3gを希塩酸3mLに溶かし、水2mLを加えた後、  
21 アンモニア水(28)3mLを加えて振り混ぜ、クロロホルム  
22 10mLずつで3回抽出する[水層は(5)の試験に用いる]。クロ  
23 ロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物を  
24 メタノール20mLに溶かし、この液を2,4,6-トリニトロフェ  
25 ノールの温メタノール溶液(1→25)10mLに加えて4時間放置  
26 する。結晶をろ取し、少量のメタノールで洗った後、105°C  
27 で1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は237～244°C(分解)  
28 である。

29 (3) 本品の水溶液(1→20000)につき、紫外可視吸光度測  
30 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
31 トルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、両者のスペ  
32 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。ま  
33 た、この液10mLに水30mLを加えた液につき、紫外可視吸  
34 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
35 スペクトルと本品の参照スペクトル2を比較するとき、両者  
36 の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  
37 る。

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

40 (5) (2)の水層を蒸発乾固した後、残留物に希硫酸1mL及  
41 び水5mLを加え、ジエチルエーテル25mLずつで4回抽出す  
42 る。全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、約35°Cの水浴中  
43 で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物  
44 の融点(2.60)は128～136°Cである。

45 純度試験

46 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、

47 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
48 下)。

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

51 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
54 (100)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
55 (指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)。ただし、滴定  
56 の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。

57 同様の方法で空試験を行い、補正する。

58 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.81mg  $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$

59 貯法

60 保存条件 遮光して保存する。

61 容器 密閉容器。

1 ペルフェナジンマレイン酸塩錠

1 ペルフェナジンマレイン酸塩錠

2 Perphenazine Maleate Tablets

3 マレイン酸ペルフェナジン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 ペルフェナジンマレイン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> :  
6 636.11)を含む。

7 製法 本品は「ペルフェナジンマレイン酸塩」をとり、錠剤の  
8 製法により製する。

9 確認試験

10 (1) 本品は粉末とし、表示量に従い「ペルフェナジンマレ  
11 イン酸塩」0.04gに対応する量を取り、希塩酸3mL及び水  
12 30mLを加えてよく振り混ぜ、遠心分離する。上澄液をろ過  
13 し、ろ液にアンモニア水(28)3mLを加えて振り混ぜ、クロロ  
14 ホルム10mLずつで3回抽出する[水層は(4)の試験に用いる]。  
15 全クロロホルム抽出液を合わせ、水5mLずつで2回洗い、ク  
16 ロロホルム層を分取する。このクロロホルム抽出液6mLを  
17 水浴上で蒸発乾固し、残留物につき「ペルフェナジンマレ  
18 イン酸塩」の確認試験(1)を準用する。

19 (2) (1)のクロロホルム抽出液20mLを水浴上で蒸発乾固し、  
20 残留物をメタノール20mLに溶かし、必要ならばろ過する。  
21 ろ液を加温し、これに2,4,6-トリニトロフェノールの温メ  
22 タノール溶液(1→25)5mLを加えて4時間放置し、以下「ペ  
23 ルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験(2)を準用する。

24 (3) 定量法のろ液2mLに水を加えて50mLとした液につき、  
25 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
26 するとき、波長253~257nm及び303~313nmに吸収の極大  
27 を示す。

28 (4) (1)の水層をとり、必要ならばろ過する。ろ液を約  
29 5mLとなるまで蒸発し、希硫酸2mLを加え、ジエチルエー  
30 テル10mLずつで2回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液  
31 を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を硫酸試液5mLに  
32 溶かし、過マンガン酸カリウム試液1~2滴を加えるとき、  
33 試液の赤色は直ちに消える。

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

36 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液15mLを加えて崩壊さ  
37 せた後、メタノール50mLを加えて強く振り混ぜ、更に水を  
38 加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上澄液V mLを正  
39 確に量り、1mL中にペルフェナジンマレイン酸塩  
40 (C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約6µgを含む液となるように水を  
41 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用マ  
42 レイン酸ペルフェナジンを105℃で3時間乾燥し、その約  
43 30mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液15mL及びメタノ  
44 ル50mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この液  
45 5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液3mL、メタノール  
46 10mL及び水を加えて正確に250mLとし、標準溶液とする。  
47 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  
48 度測定法(2.24)により試験を行い、波長255nmにおける吸  
49 光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

50 ペルフェナジンマレイン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の  
51 量(mg)

52  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 50$

53 M<sub>S</sub>: 定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量(mg)

54 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
55 ル法により、毎分75回転で試験を行うとき、本品の30分間  
56 の溶出率は70%以上である。

57 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験を開始し、  
58 規定された時間に溶出液20mL以上をとり、孔径0.45µm以  
59 下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを  
60 除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に  
61 ペルフェナジンマレイン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約  
62 3.5µgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLと  
63 し、試料溶液とする。別に定量用マレイン酸ペルフェナジン  
64 を105℃で3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
65 0.1mol/L塩酸試液10mLに溶かし、試験液を加えて正確に  
66 200mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を加えて  
67 正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
68 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
69 波長255nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

70 ペルフェナジンマレイン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の  
71 表示量に対する溶出率(%)

72  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 4$

73 M<sub>S</sub>: 定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量(mg)

74 C: 1錠中のペルフェナジンマレイン酸塩  
75 (C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

76 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
77 とする。ペルフェナジンマレイン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS ·  
78 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約40mgに対応する量を精密に量り、1mol/L塩酸  
79 試液15mL及びメタノール50mLを加えて強く振り混ぜた後、  
80 水を加えて正確に100mLとし、ろ過する。初めのろ液20mL  
81 を除き、次のろ液5mLを正確に量り、水を加えて正確に  
82 250mLとし、試料溶液とする。別に定量用マレイン酸ペル  
83 フェナジンを105℃で3時間乾燥し、その約40mgを精密に量  
84 り、1mol/L塩酸試液15mL及びメタノール50mLに溶かし、  
85 水を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、  
86 水を加えて正確に250mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
87 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  
88 (2.24)により試験を行い、波長255nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
89 びA<sub>S</sub>を測定する。

90 ペルフェナジンマレイン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ClN<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の  
91 量(mg)

92  $= M_S \times A_T / A_S$

93 M<sub>S</sub>: 定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量(mg)

94 貯法

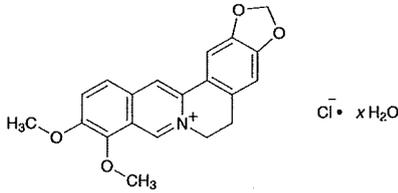
95 保存条件 遮光して保存する。

96 容器 気密容器。

1 ベルベリン塩化物水和物

1 ベルベリン塩化物水和物

- 2 Berberine Chloride Hydrate
- 3 塩化ベルベリン
- 4 ベルベリン塩化物



- 5
- 6  $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$
- 7 9,10-Dimethoxy-5,6-
- 8 dihydro[1,3]dioxolo[4,5-g]isoquino[3,2-a]isoquinolin-
- 9 7-ium chloride hydrate
- 10 [633-65-8, 無水物]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベルベリン  
12 塩化物( $C_{20}H_{18}ClNO_4$ : 371.81)95.0~102.0%を含む。

13 性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
14 又はわずかに特異なおいがあり、味は極めて苦い。

15 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶  
16 けにくく、水に極めて溶けにくい。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
20 トルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品に  
21 ついて同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
25 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
26 品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品のスペク  
27 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに  
28 同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品0.1gに水20mLを加え、加温して溶かし、硝酸  
30 0.5mLを加えた後、冷却し、約10分間放置後ろ過する。ろ  
31 液3mLに硝酸銀試液1mLを加え、生じる沈殿をろ取する。  
32 この沈殿は希硝酸を加えても溶けないが、過量のアンモニア  
33 試液を加えるとき、溶ける。

34 純度試験

35 (1) 酸 本品0.10gに水30mLを加え、よく振り混ぜた後、  
36 ろ過する。ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び  
37 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.10mLを加えるとき、液の黄  
38 色はだいたい色~赤色に変わる。

39 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gに水48mL及び希塩酸2mLを  
40 加え、1分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液5mLを除  
41 き、次のろ液25mLをとり、水を加えて50mLとする。これ  
42 を検液とし、試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.50mL  
43 に希塩酸1mL、プロモフェノールブルー試液5~10滴及び水  
44 を加えて50mLとする(0.048%以下)。

45 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
46 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以

47 下)。

48 (4) 類縁物質 本品10mgを移動相100mLに溶かし、試料  
49 溶液とする。この液4mLを正確に量り、移動相を加えて正  
50 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
51 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  
52 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
53 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  
54 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  
55 ク面積より大きくない。

56 操作条件

57 検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラム  
58 の選定は定量法の操作条件を準用する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持  
60 時間の約2倍の範囲

61 検出感度：標準溶液10μLから得たベルベリンのピーク  
62 高さがフルスケールの約10%になるように調整する。

63 水分(2.48) 8~12%(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

64 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

65 定量法 本品約10mgを精密に量り、移動相に溶かして正確に  
66 100mLとし、試料溶液とする。別にベルベリン塩化物標準  
67 品(別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
68 10mgを精密に量り、移動相に溶かして正確に100mLとし、  
69 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確に  
70 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
71 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  
72  $A_S$ を測定する。

73 ベルベリン塩化物( $C_{20}H_{18}ClNO_4$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

74  $M_S$ : 脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量  
75 (mg)

76 操作条件

77 検出器：紫外吸光度計(測定波長：345nm)

78 カラム：内径約4mm、長さ約25cmのステンレス管に  
79 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
80 ル化シリカゲルを充てんする。

81 カラム温度：40℃付近の一定温度

82 移動相：水/アセトニトリル混液(1:1)1000mLにリン  
83 酸二水素カリウム3.4g及びラウリル硫酸ナトリウム  
84 1.7gを加えて溶かす。

85 流量：ベルベリンの保持時間が約10分になるように調  
86 整する。

87 カラムの選定：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン1mg  
88 ずつを移動相に溶かして10mLとする。この液10μL  
89 につき、上記の条件で操作するとき、パルマチン、ベル  
90 ベリンの順に溶出し、その分離度が1.5以上のものを  
91 を用いる。

92 試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を5  
93 回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積の相対標準  
94 偏差は1.5%以下である。

95 貯法

96 保存条件 遮光して保存する。

97 容器 気密容器。

1 ベンザルコニウム塩化物

1 ベンザルコニウム塩化物

2 Benzalkonium Chloride

3 塩化ベンザルコニウム

4 本品は  $[C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$  で示され、Rは  $C_8H_{17}$  ~  
5  $C_{18}H_{37}$  で、主として  $C_{12}H_{25}$  及び  $C_{14}H_{29}$  からなる。

6 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベンザルコ  
7 ニウム塩化物 ( $C_{22}H_{40}ClN$  : 354.01として) 95.0~105.0% を含  
8 む。

9 性状 本品は白色~黄白色の粉末又は無色~淡黄色のゼラチン  
10 状の薄片、ゼリー様の流動体若しくは塊で、特異なおいが  
11 ある。

12 本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けやすく、ジエチ  
13 ルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品の水溶液は振ると強く泡立つ。

15 確認試験

16 (1) 本品0.2gを硫酸1mLに溶かし、硝酸ナトリウム0.1gを  
17 加えて水浴上で5分間加熱する。冷後、水10mL及び亜鉛粉  
18 末0.5gを加え、5分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液は芳香  
19 族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。ただし、液の色  
20 は赤色である。

21 (2) 本品の水溶液(1→1000)2mLにプロモフェノールブル  
22 ー溶液(1→2000)0.2mL及び水酸化ナトリウム試液0.5mLの  
23 混液を加えるとき、液は青色を呈し、これにクロロホルム  
24 4mLを加えて激しく振り混ぜるとき、その青色はクロロホ  
25 ルム層に移る。このクロロホルム層を分取し、振り混ぜなが  
26 らラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)を滴加するとき、  
27 クロロホルム層は無色となる。

28 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき、紫外  
29 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
30 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
31 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
32 認める。

33 (4) 本品の水溶液(1→100)1mLにエタノール(95)2mL、希  
34 硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1mLを加えるとき、白色の沈殿  
35 を生じる。この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが、アン  
36 モニア試液を加えるとき、溶ける。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色~  
39 淡黄色澄明である。

40 (2) 石油エーテル可溶物 本品3.0gをとり、水を加えて  
41 50mLとした液にエタノール(99.5)50mLを加える。0.5mol/L  
42 水酸化ナトリウム試液5mLを加え、石油エーテル50mLずつ  
43 で3回抽出する。石油エーテル抽出液を合わせ、希エタノール  
44 50mLずつで3回洗い、無水硫酸ナトリウム10gを加えてよ  
45 く振り混ぜた後、乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ紙を石油エー  
46 テル10mLずつで2回洗う。水浴上で加熱して石油エーテル  
47 を留去し、残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その残分  
48 は1.0%以下である。

49 水分 (2.48) 15.0%以下(容量滴定法、直接滴定)。

50 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

51 定量法 本品約0.15gを精密に量り、水75mLに溶かした後、  
52 薄めた希塩酸(1→2)を滴加してpHを2.6~3.4に調整し、メチ

53 ルオレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈するまで  
54 0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定 (2.50)  
55 する。

56 0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL  
57 =7.080mg  $C_{22}H_{40}ClN$

58 貯法 容器 気密容器。

## 1 ベンザルコニウム塩化物液

### 1 ベンザルコニウム塩化物液

2 Benzalkonium Chloride Solution

3 塩化ベンザルコニウム液

4 本品は50.0w/v%以下のベンザルコニウム塩化物を含む水  
5 溶液である。

6 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
7 ベンザルコニウム塩化物( $C_{22}H_{40}ClN$ ；354.01として)を含む。

8 製法 本品は「ベンザルコニウム塩化物」をとり、「常水」、  
9 「精製水」又は「精製水(容器入り)」に溶かして製する。又  
10 は「濃ベンザルコニウム塩化物液50」をとり、「常水」、  
11 「精製水」又は「精製水(容器入り)」で薄めて製する。

12 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液で、特異なおいがある。  
13 本品は振ると強く泡立つ。

#### 14 確認試験

15 (1) 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.2g  
16 に対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物につ  
17 き、「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験(1)を準用する。

18 (2) 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」  
19 0.01gに対応する容量をとり、水を加えて10mLとする。こ  
20 の液2mLにつき、「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験  
21 (2)を準用する。

22 (3) 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」1g  
23 に対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴上で  
24 濃縮して10mLとする。この液1mLに0.1mol/L塩酸試液を加  
25 えて200mLとした液につき、「ベンザルコニウム塩化物」  
26 の確認試験(3)を準用する。

27 (4) 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.1g  
28 に対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴上で  
29 濃縮して10mLとする。この液1mLにつき、「ベンザルコニ  
30 ウム塩化物」の確認試験(4)を準用する。

31 定量法 本品のベンザルコニウム塩化物( $C_{22}H_{40}ClN$ として)約  
32 0.15gに対応する容量を正確に量り、必要ならば水を加えて  
33 75mLとし、以下「ベンザルコニウム塩化物」の定量法を準  
34 用する。

35 0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL

36 =7.080mg  $C_{22}H_{40}ClN$

37 貯法 容器 気密容器。

1 濃ベンザルコニウム塩化物液50

1 濃ベンザルコニウム塩化物液50

2 Benzalkonium Chloride Concentrated Solution 50

3 濃塩化ベンザルコニウム液50

4 本品は  $[C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R]Cl$  で示され、Rは  $C_8H_{17} \sim$   
5  $C_{18}H_{37}$  で、主として  $C_{12}H_{25}$  及び  $C_{14}H_{29}$  からなるものの水溶液  
6 である。

7 本品は定量するとき、50.0超～55.0%のベンザルコニウム  
8 塩化物( $C_{22}H_{40}ClN$ : 354.01として)を含む。

9 性状 本品は無色～淡黄色の液又はゼリー様の流動体で、特異  
10 なにおいがある。

11 本品は水又はエタノール(95)に極めて溶けやすく、ジエチ  
12 ルエーテルにほとんど溶けない。

13 本品に水を加えた液は振ると強く泡立つ。

14 確認試験

15 (1) 本品0.4gを硫酸1mLに溶かし、硝酸ナトリウム0.1gを  
16 加えて水浴上で5分間加熱する。冷後、水10mL及び亜鉛粉  
17 末0.5gを加え、5分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液は芳香  
18 族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。ただし、液の色  
19 は赤色である。

20 (2) 本品の水溶液(1→500)2mLにプロモフェノールブル  
21 ー溶液(1→2000)0.2mL及び水酸化ナトリウム試液0.5mLの  
22 混液を加えるとき、液は青色を呈し、これにクロロホルム  
23 4mLを加えて激しく振り混ぜるとき、その青色はクロロホ  
24 ルム層に移る。このクロロホルム層を分取し、振り混ぜなが  
25 らラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)を滴加するとき、  
26 クロロホルム層は無色となる。

27 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→1000)につき、紫外  
28 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
29 本品のスペクトルとベンザルコニウム塩化物の参照スペク  
30 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  
31 に同様の強度の吸収を認める。

32 (4) 本品の水溶液(1→50)1mLにエタノール(95)2mL、希  
33 硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1mLを加えるとき、白色の沈殿  
34 を生じる。この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが、アン  
35 モニア試液を加えるとき、溶ける。

36 純度試験

37 (1) 溶状 本品2.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色～  
38 淡黄色澄明である。

39 (2) 石油エーテル可溶物 本品6.0gをとり、水を加えて  
40 50mLとした液にエタノール(99.5)50mLを加える。0.5mol/L  
41 水酸化ナトリウム試液5mLを加え、石油エーテル50mLずつ  
42 で3回抽出する。石油エーテル抽出液を合わせ、希エタノー  
43 ル50mLずつで3回洗い、無水硫酸ナトリウム10gを加えてよ  
44 く振り混ぜた後、乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ紙を石油エー  
45 テル10mLずつで2回洗う。水浴上で加熱して石油エーテル  
46 を留去し、残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その残分  
47 は1.0%以下である。

48 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

49 定量法 本品約0.3gを精密に量り、水75mLに溶かした後、薄  
50 めた希塩酸(1→2)を滴加してpHを2.6～3.4に調整し、メチル  
51 オレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈するまで0.02mol/L  
52 テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定(2.50)する。

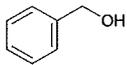
53 0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL

54 =7.080mg  $C_{22}H_{40}ClN$

55 貯法 容器 気密容器。

## 1 ベンジルアルコール

2 Benzyl Alcohol



3

4  $C_7H_8O$  : 108.14

5 Benzyl alcohol

6 [100-51-6]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「 $\blacklozenge$ 」で囲むこと  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、ベンジルアルコール( $C_7H_8O$ )98.0~  
12 100.5%を含む。

13  $\blacklozenge$ 本品のうち、注射剤に用いるものについてはその旨表示  
14 する。 $\blacklozenge$

15  $\blacklozenge$ 性状 本品は無色澄明の油状の液である。

16 本品はエタノール(95)、脂肪油又は精油と混和する。

17 本品は水にやや溶けやすい。

18 比重  $d_{20}^{20}$  : 1.043~1.049 $\blacklozenge$

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

23 屈折率(2.45)  $n_D^{20}$  : 1.538~1.541

24 純度試験

25  $\blacklozenge$ (1) 溶状 本品2.0mLを水60mLに溶かすとき、液は無  
26 色澄明である。 $\blacklozenge$

27 (2) 酸 本品10mLにエタノール(95)10mL及びフェノー  
28 ルフタレイン試液2滴を加え、液の色が淡赤色を呈するまで  
29 0.1mol/L水酸化ナトリウム液を滴加するとき、その量は  
30 1.0mL以下である。

31 (3) ベンズアルデヒド及び他の類縁物質 本品を試料溶液  
32 とする。別にエチルベンゼン0.100gを正確に量り、本品に  
33 溶かし、正確に10mLとする。この液2mLを正確に量り、本  
34 品を加えて正確に20mLとし、エチルベンゼン原液とする。  
35 また、ジシクロヘキシル2.000gを正確に量り、本品に溶か  
36 し、正確に10mLとする。この液2mLを正確に量り、本品を  
37 加えて正確に20mLとし、ジシクロヘキシル原液とする。更  
38 にベンズアルデヒド0.750g及びシクロヘキシルメタノール  
39 0.500gを正確に量り、本品を加えて正確に25mLとする。こ  
40 の液1mLを正確に量り、エチルベンゼン原液2mL及びジシ  
41 クロヘキシル原液3mLを正確に加え、本品を加えて正確に  
42 20mLとし、標準溶液(1)とする。試料溶液及び標準溶液  
43 (1)0.1 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフ  
44 ィー(2.02)により試験を行う。試料溶液にエチルベンゼン  
45 及びジシクロヘキシルのピークの保持時間と一致するピーク  
46 を認めた場合は、標準溶液(1)のエチルベンゼン及びジシク  
47 ロヘキシルのピーク面積は、試料溶液の対応するピーク面積  
48 を差し引き、補正する。試料溶液のベンズアルデヒドのピー

49 ク面積は、標準溶液(1)と試料溶液のベンズアルデヒドのピー  
50 ク面積の差より大きくない(0.15%)。試料溶液のシクロヘ  
51 キシルメタノールのピーク面積は、標準溶液(1)と試料溶液  
52 のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない  
53 (0.10%)。試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時  
54 間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノ  
55 ル以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)のエチルベンゼ  
56 ンのピーク面積、又は必要ならばそれを補正した面積の4倍  
57 より大きくない(0.04%)。試料溶液のベンジルアルコールよ  
58 り遅い保持時間のピークの合計面積は、標準溶液(1)のジシ  
59 クロヘキシルのピーク面積、又は必要ならばそれを補正した  
60 面積より大きくない(0.3%)。ただし、標準溶液(1)のエチル  
61 ベンゼンのピーク面積、又は必要ならばそれを補正した面積  
62 の100分の1以下のピークは用いない。

63 なお、注射用に使用する、と表示するものについての操作  
64 法及び限度値は次のとおりとする。

65 本品を試料溶液とする。別にベンズアルデヒド0.250g及  
66 びシクロヘキシルメタノール0.500gを正確に量り、本品を  
67 加えて正確に25mLとする。この液1mLを正確に量り、エチ  
68 ルベンゼン原液2mL及びジシクロヘキシル原液2mLを正確  
69 に加え、本品を加えて正確に20mLとし、標準溶液(2)とする。  
70 試料溶液及び標準溶液(2)0.1 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件  
71 でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。試料  
72 溶液にエチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークの保持  
73 時間と一致するピークを認めた場合は、標準溶液(2)のエチ  
74 ルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークの面積は、試料溶  
75 液の対応するピーク面積を差し引き、補正する。試料溶液の  
76 ベンズアルデヒドのピーク面積は、標準溶液(2)と試料溶液  
77 のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない  
78 (0.05%)。試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面  
79 積は、標準溶液(2)と試料溶液のシクロヘキシルメタノール  
80 のピーク面積の差より大きくない(0.10%)。試料溶液のベン  
81 ジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒ  
82 ド及びシクロヘキシルメタノール以外のピークの合計面積は、  
83 標準溶液(2)のエチルベンゼンのピーク面積、又は必要なら  
84 ばそれを補正した面積の2倍より大きくない(0.02%)。試料  
85 溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計  
86 面積は、標準溶液(2)のジシクロヘキシルのピーク面積、又  
87 は必要ならばそれを補正した面積より大きくない(0.2%)。  
88 ただし、標準溶液(2)のエチルベンゼンのピーク面積、又は  
89 必要ならばそれを補正した面積の100分の1以下のピークは  
90 用いない。

91 試験条件

92 検出器：水素炎イオン化検出器

93 カラム：内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管  
94 にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール  
95 20Mを厚さ0.5 $\mu$ mで被覆する。

96 カラム温度：50 $^{\circ}$ C付近の一定温度で注入し、毎分5 $^{\circ}$ Cで  
97 220 $^{\circ}$ Cまで昇温し、220 $^{\circ}$ Cを35分間保持する。

98 注入口温度：200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

99 検出器温度：310 $^{\circ}$ C付近の一定温度

100 キャリヤーガス：ヘリウム

101 流量：25cm/秒

102 スプリット比：スプリットレス

## 2 ベンジルアルコール

103 検出感度：標準溶液(1)0.1 $\mu$ Lを注入するとき、検出器の  
104 感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の  
105 30%以上になるように調整する。ただし、注射用に  
106 使用する、と表示するものについては標準溶液(2)を  
107 使用する。

### 108 システム適合性

109 システムの性能：標準溶液(1)につき、上記の条件で操  
110 作するとき、ベンジルアルコールの保持時間は約26  
111 分であり、またベンジルアルコールに対する相対保持  
112 時間は、エチルベンゼン約0.28、ジシクロヘキシル約  
113 0.59、ベンズアルデヒド約0.68、シクロヘキシルメタ  
114 ノール約0.71である。また、ベンズアルデヒドとシク  
115 ロヘキシルメタノールの分離度は3.0以上である。た  
116 だし、注射用に使用する、と表示するものについては  
117 標準溶液(2)を使用する。

118 (4) 過酸化作物価 本品約5gを精密に量り、250mLの共栓  
119 付き三角フラスコにとり、酢酸(100)/クロロホルム混液  
120 (3:2)30mLに溶かす。この液にヨウ化カリウム飽和溶液  
121 0.5mLを加え、正確に1分間振り混ぜた後、水30mLを加え  
122 る。この液につき、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液をゆっ  
123 くりと加え、激しく振り混ぜながら滴定(2.50)する。ただ  
124 し、滴定の終点は液が淡黄色に変わるとき、デンプン試液  
125 5mLを加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方  
126 法で空試験を行い、次式により過酸化作物価を計算するとき、  
127 その値は5以下である。空試験における0.01mol/Lチオ硫酸  
128 ナトリウム液の消費量は、0.1mLを超えてはならない。

129 過酸化作物価(mEq/kg) =  $10 \times (V_1 - V_0) / M$

130  $V_1$ ：本試験での0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液滴定量  
131 (mL)

132  $V_0$ ：空試験での0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液滴定量  
133 (mL)

134  $M$ ：本品の秤取量(g)

135 (5) 蒸発残留物 過酸化作物価の試験に適合することを確認  
136 した後、試験する。本品10.0gを磁製若しくは石英製のるつ  
137 ぽ、又は白金製の皿にとり、200°Cを超え沸騰しないように  
138 注意しながらホットプレート上で蒸発乾固する。残留物をホ  
139 ットプレート上で1時間乾燥した後、デシケーター中で放冷  
140 するとき、その量は5mg以下である。

141 定量法 本品約0.9gを精密に量り、新たに調製したピリジン/  
142 無水酢酸混液(7:1)15mLを正確に加え、還流冷却器を付け、  
143 水浴上で30分間加熱する。冷後、水25mLを加え、過量の酢  
144 酸を1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬：  
145 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。

146 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL = 108.1mg  $C_7H_8O$

### 147 ◆貯法

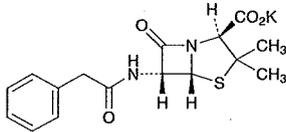
148 保存条件 遮光して保存する。

149 容器 気密容器。◆

1 ベンジルペニシリンカリウム

1 ベンジルペニシリンカリウム

- 2 Benzylpenicillin Potassium
- 3 結晶ペニシリンGカリウム
- 4 ペニシリンGカリウム



- 5
- 6  $C_{16}H_{17}KN_2O_4S$  : 372.48
- 7 Monopotassium
- 8 (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-
- 9 [(phenylacetyl)amino]-4-thia-
- 10 1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate
- 11 [113-98-4]

12 本品は、*Penicillium*属の培養によって得られる抗細菌活

13 性を有するペニシリン系化合物のカリウム塩である。  
14 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり1430～  
15 1630単位を含む。ただし、本品の力価は、ベンジルペニシ  
16 リンカリウム( $C_{16}H_{17}KN_2O_4S$ )としての量を単位で示し、そ  
17 の1単位はベンジルペニシリンカリウム0.57 $\mu$ gに対応する。

18 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
19 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けに  
20 くい。

21 確認試験

22 (1) 本品の水溶液(1→1000)につき、紫外可視吸光度測定  
23 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  
24 と本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム  
25 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  
26 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
27 の吸収を認める。

28 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
29 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
30 品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品  
31 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  
32 のところに同様の強度の吸収を認める。

33 (3) 本品はカリウム塩の定性反応(1)(1.09)を示す。  
34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +270～+300°(乾燥物に換算したも  
35 の1g, 水, 50mL, 100mm)。

36 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.0～  
37 7.5である。

38 純度試験

39 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色～  
40 淡黄色澄明である。

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

44 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第4法により検液を調  
45 製し、試験を行う。ただし、磁製のろつぼを用い、硝酸マグ  
46 ネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え  
47 た後、過酸化水素(30)1mLを加え、エタノールに点火して燃

48 焼させる(2ppm以下)。

49 (4) 類縁物質 本品40mgを水20mLに溶かし、試料溶液  
50 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
51 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ L  
52 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
53 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の個々のピーク面  
54 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のベンジルペ  
55 ニシリン以外の個々のピーク面積は、標準溶液のベンジルペ  
56 ニシリンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のベン  
57 ジルペニシリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベン  
58 ジルペニシリンのピーク面積の3倍より大きくない。

59 試験条件

60 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

61 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に7 $\mu$ m  
62 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
63 リカゲルを充てんする。

64 カラム温度：25℃付近の一定温度

65 移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(33→5000)/  
66 アセトニトリル混液(19：6)にリン酸を加えてpH8.0  
67 に調整する。

68 流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約7.5分になる  
69 ように調整する。

70 面積測定範囲：ベンジルペニシリンの保持時間の約5倍  
71 の範囲

72 システム適合性

73 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、水を加えて  
74 正確に100mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たベンジル  
75 ペニシリンのピーク面積が、標準溶液のベンジルペニ  
76 シリンのピーク面積の7～13%になることを確認する。

77 システムの性能：本品40mgを水20mLに溶かす。別に  
78 パラオキシ安息香酸メチル10mgをアセトニトリル  
79 20mLに溶かす。この液1mLに水を加えて20mLとす  
80 る。これらの溶液1mLずつをとり、水を加えて  
81 100mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
82 作するとき、ベンジルペニシリン、パラオキシ安息香  
83 酸メチルの順に溶出し、その分離度は8以上である。

84 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
85 で試験を5回繰り返すとき、ベンジルペニシリンのピー  
86 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

87 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(3g, 減圧・0.67kPa以下, 60℃,  
88 3時間)。

89 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  
90 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

91 (i) 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538Pを用い  
92 る。

93 (ii) 培地 培地(1)の3)の皿を用いる。

94 (iii) 標準溶液 ベンジルペニシリンカリウム標準品約  
95 40000単位に対応する量を精密に量り、pH6.0のリン酸塩緩  
96 衝液に溶かして正確に100mLとし、標準原液とする。標準  
97 原液は5℃以下に保存し、2日以内に使用する。用時、標準  
98 原液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加えて  
99 1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し、高濃度標準  
100 溶液及び低濃度標準溶液とする。

101 (iv) 試料溶液 本品約40000単位に対応する量を精密に量

## 2 ベンジルペニシリンカリウム

- 102 り、pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に100mLとす  
103 る。この液適量を正確に量り、pH6.0のリン酸塩緩衝液を加  
104 えて1mL中に2単位及び0.5単位を含む液を調製し、高濃度  
105 試料溶液及び低濃度試料溶液とする。  
106 貯法 容器 気密容器。

# 1 注射用ベンジルペニシリンカリウム

## 1 注射用ベンジルペニシリンカリウム

2 Benzylpenicillin Potassium for Injection

3 注射用ペニシリンGカリウム

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された単位の93.0~107.0%に  
6 対応するベンジルペニシリンカリウム(C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>KN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ;  
7 372.48)を含む。

8 製法 本品は「ベンジルペニシリンカリウム」をとり、注射剤  
9 の製法により製する。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 確認試験 「ベンジルペニシリンカリウム」の確認試験(2)を  
12 準用する。

13 浸透圧比 別に規定する。

14 pH (2.54) 本品の表示量に従い「ベンジルペニシリンカリ  
15 ウム」1.0×10<sup>5</sup>単位に対応する量を取り、水10mLに溶かし  
16 た液のpHは5.0~7.5である。

17 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ベンジルペニシリンカ  
18 リウム」1.0×10<sup>6</sup>単位に対応する量を水10mLに溶かすとき、  
19 液は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
20 (2.24)により試験を行うとき、波長400nmにおける吸光度  
21 は0.10以下である。

22 乾燥減量 (2.41) 1.2%以下(3g, 減圧・0.67kPa以下, 60°C,  
23 3時間)。

24 エンドトキシン (4.01) 1.25×10<sup>-4</sup>EU/単位未満。

25 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

26 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

30 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
31 「ベンジルペニシリンカリウム」約6×10<sup>4</sup>単位に対応する  
32 量を精密に量り、水に溶かし、正確に20mLとし、試料溶液  
33 とする。別にベンジルペニシリンカリウム標準品の約6×  
34 10<sup>4</sup>単位に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に  
35 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLず  
36 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
37 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のベンジルペニシ  
38 リンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

39 ベンジルペニシリンカリウム(C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>KN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)の量(単位)  
40 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

41 M<sub>S</sub>: ベンジルペニシリンカリウム標準品の秤取量(単位)

42 試験条件

43 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

44 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に7μm  
45 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
46 リカゲルを充てんする。

47 カラム温度: 25°C付近の一定温度

48 移動相: リン酸水素二アンモニウム溶液(33→5000)/  
49 アセトニトリル混液(19: 6)にリン酸を加えてpH8.0  
50 に調整する。

51 流量: ベンジルペニシリンの保持時間が約7.5分になる

52 ように調整する。

53 システム適合性

54 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
55 作するとき、ベンジルペニシリンのピークの理論段数  
56 及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0  
57 以下である。

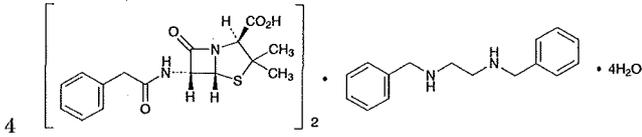
58 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
59 試験を6回繰り返すとき、ベンジルペニシリンのピー  
60 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

61 貯法 容器 密封容器。

1 ベンジルペニシリンベンザチン水和物

2 Benzylpenicillin Benzathine Hydrate

3 ベンジルペニシリンベンザチン



5  $(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$  : 981.18

6 (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-Dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-

7 4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-

8 carboxylic acid hemi(*N,N'*-dibenzylethylenediamine)

9 dihydrate

10 [41372-02-5]

11 本品は、*Penicillium*属の培養によって得られる抗細菌活  
12 性を有するペニシリン系化合物の*N,N'*-ジベンジルエチレ  
13 ンジアミン塩である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり1213~  
15 1333単位を含む。ただし、本品の力価は、ベンジルペニシ  
16 リンナトリウム( $C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$  : 356.37)としての量を単位  
17 で示し、その1単位はベンジルペニシリンナトリウム  
18 ( $C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$ )0.6 $\mu$ gに対応する。また、本品は定量する  
19 とき、換算した脱水物に対し、*N,N'*-ジベンジルエチレン  
20 ジアミン( $C_{16}H_{20}N_2$  : 240.34)24.0~27.0%を含む。

21 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

22 本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく、水  
23 にほとんど溶けない。

24 確認試験

25 (1) 本品のメタノール溶液(1→2000)につき、紫外可視吸  
26 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
27 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
28 スペクトルは同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

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

33 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +217~+233°(脱水物に換算したも  
34 の0.1g, メタノール, 20mL, 100mm)。

35 純度試験

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

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

41 (3) 類縁物質 本品70mgをメタノール25mLに溶かし、  
42 無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウ  
43 ム6.80gを水に溶かして1000mLとした液を加えて50mLとし、  
44 試料溶液とする。試料溶液1mLを正確に量り、移動相Aを加  
45 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
46 準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
47 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の

48 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のペ  
49 ンジルペニシリンに対する相対保持時間約2.4のピークの面  
50 積は、標準溶液のベンジルペニシリン及び*N,N'*-ジベンジ  
51 ルエチレンジアミンのピークの合計面積の2倍より大きくない。  
52 また、試料溶液のベンジルペニシリン、*N,N'*-ジベン  
53 ジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンに対する相対  
54 保持時間約2.4のピーク以外の個々のピークの面積は、標準  
55 溶液のベンジルペニシリン及び*N,N'*-ジベンジルエチレン  
56 ジアミンのピークの合計面積より大きくない。

57 試験条件

58 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

59 カラム：内径4.0mm、長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
60 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
61 リカゲルを充てんする。

62 カラム温度：40℃付近の一定温度

63 移動相A：水/メタノール/pH3.5の0.25mol/Lリン酸  
64 二水素カリウム試液混液(6 : 3 : 1)

65 移動相B：メタノール/水/pH3.5の0.25mol/Lリン酸  
66 二水素カリウム試液混液(6 : 3 : 1)

67 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
68 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	75	25
10 ~ 20	75 → 0	25 → 100
20 ~ 55	0	100

69 流量：毎分1.0mL

70 面積測定範囲：溶媒のピークの後からベンジルペニシリン  
71 の保持時間の約3倍の範囲

72 システム適合性

73 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、移動相Aを加  
74 えて正確に20mLとする。この液20 $\mu$ Lから得たベン  
75 ジルペニシリンのピーク面積が標準溶液のベンジルペ  
76 ニシリンのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認  
77 する。

78 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
79 操作するとき、*N,N'*-ジベンジルエチレンジアミン、  
80 ベンジルペニシリンの順に溶出し、その分離度は25  
81 以上である。

82 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
83 で試験を3回繰り返すとき、ベンジルペニシリンのピ  
84 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 水分(2.48) 5.0~8.0%(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

86 定量法

87 (1) ベンジルペニシリン 本品約85000単位に対応する量  
88 を精密に量り、メタノール25mLに溶かした後、無水リン酸  
89 水素二ナトリウム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水  
90 に溶かして1000mLとした液を加えて正確に50mLとする。  
91 この液5mLを正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム  
92 1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして  
93 1000mLとした液50mLにメタノール50mLを加えた液を加  
94 えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にベンジルペ  
95 ニシリンカリウム標準品約85000単位に対応する量及び二酢酸  
96 *N,N'*-ジベンジルエチレンジアミン約25mgを精密に量り、

## 2 ベンジルペニシリンベンザチン水和物

97 メタノール25mLに溶かした後、無水リン酸水素二ナトリウ  
98 ム1.02g及びリン酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして  
99 1000mLとした液を加えて正確に50mLとする。この液5mL  
100 を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム1.02g及びリン  
101 酸二水素カリウム6.80gを水に溶かして1000mLとした液  
102 50mLにメタノール50mLを加えた液を加えて正確に20mL  
103 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを  
104 正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
105 より試験を行い、それぞれの液のベンジルペニシリンのピー  
106 ク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。

107 ベンジルペニシリンナトリウムの量(単位) $=M_S \times A_T / A_S$

108  $M_S$  : ベンジルペニシリンカリウム標準品の秤取量(単位)

109 試験条件

110 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 220nm)

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

114 カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

115 移動相 : 水/メタノール/pH3.5の0.25mol/Lリン酸二  
116 水素カリウム試液(11 : 7 : 2)

117 流量 : ベンジルペニシリンの保持時間が約18分になる  
118 ように調整する。

119 システム適合性

120 システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
121 操作するとき、 $N,N'$ -ジベンジルエチレンジアミン、  
122 ベンジルペニシリンの順に溶出し、その分離度は20  
123 以上である。

124 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
125 で試験を6回繰り返すとき、 $N,N'$ -ジベンジルエチレ  
126 ンジアミン及びベンジルペニシリンのピーク面積の相  
127 対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

128 (2)  $N,N'$ -ジベンジルエチレンジアミン (1)で得た試料  
129 溶液及び標準溶液のクロマトグラムの $N,N'$ -ジベンジルエ  
130 チレンジアミンに相当するピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。

131  $N,N'$ -ジベンジルエチレンジアミン( $C_{16}H_{20}N_2$ )の量(%)

132  $=M_S / M_T \times A_T / A_S \times 100 \times 0.667$

133  $M_S$  : 二酢酸 $N,N'$ -ジベンジルエチレンジアミンの秤取量  
134 (mg)

135  $M_T$  : 本品の秤取量(mg)

136 0.667 : 二酢酸 $N,N'$ -ジベンジルエチレンジアミン  
137 ( $C_{16}H_{20}N_2 \cdot 2CH_3COOH$ )から $N,N'$ -ジベンジルエチレ  
138 ンジアミン(ベンザチン,  $C_{16}H_{20}N_2$ )への換算係数

139 貯法

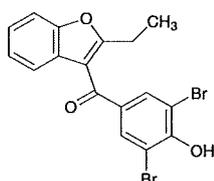
140 保存条件 遮光して保存する。

141 容器 気密容器。

# 1 ベンズブロマロン

## 1 ベンズブロマロン

### 2 Benzbromarone



3

4  $C_{17}H_{12}Br_2O_3$  : 424.08

5 3,5-Dibromo-4-hydroxyphenyl 2-ethylbenzo[b]furan-3-yl

6 ketone

7 [3562-84-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ベンズブロマロン  
9 ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~淡黄色の結晶性の粉末である。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、  
12 アセトンに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、  
13 水にほとんど溶けない。

14 本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

### 15 確認試験

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

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

25 融点(2.60) 149~153°C

### 26 純度試験

27 (1) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gをアセトン40mLに溶かし、  
28 希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
29 試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸0.40mL、アセトン  
30 40mL、希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする(0.019%以  
31 下)。

32 (2) 可溶性ハロゲン化物 本品0.5gをアセトン40mLに溶  
33 かし、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液  
34 とし、以下塩化物試験法(1.03)を準用する。比較液は  
35 0.01mol/L塩酸0.25mL、アセトン40mL、希硝酸6mL及び水  
36 を加えて50mLとする。

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

40 (4) 鉄(1.10) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調製  
41 し、A法により試験を行う。比較液には鉄標準液2.0mLを加  
42 える(20ppm以下)。

43 (5) 類縁物質 本品0.10gをアセトン10mLに溶かし、試  
44 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
45 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
46 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶

47 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  
48 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。  
49 次にシクロヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/エタノ  
50 ール(99.5)/酢酸(100)混液(100:20:2:1)を展開溶媒とし  
51 て約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主  
52 波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット  
53 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。  
54 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧・0.67kPa以下、酸化リ  
55 ン(V)、50°C、4時間)。

56 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
58 チルホルムアミド30mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルア  
59 ンモニウムヒドロキシド液で滴定(2.50)する(指示薬:チモ  
60 ールブルー・*N,N*-ジメチルホルムアミド試液5滴)。同様の  
61 方法で空試験を行い、補正する。

62 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
63 =42.41mg  $C_{17}H_{12}Br_2O_3$

### 64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。

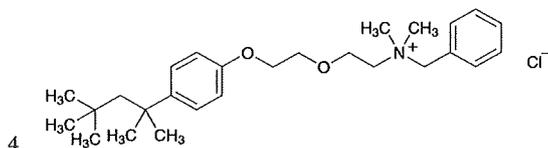
66 容器 気密容器。

1 ベンゼトニウム塩化物

1 ベンゼトニウム塩化物

2 Benzethonium Chloride

3 塩化ベンゼトニウム



5  $C_{27}H_{42}ClNO_2$  : 448.08

6 *N*-Benzyl-*N,N*-dimethyl-2-{2-[4-(1,1,3,3-

7 tetramethylbutyl)phenoxy]ethoxy}ethylaminium

8 chloride

9 [121-54-0]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ベンゼトニウム塩化

11 物( $C_{27}H_{42}ClNO_2$ )97.0%以上を含む。

12 性状 本品は無色又は白色の結晶で、においはない。

13 本品はエタノール(95)に極めて溶けやすく、水に溶けやす

14 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品の水溶液は振ると強く泡立つ。

16 確認試験

17 (1) 本品0.2gを硫酸1mLに溶かし、硝酸ナトリウム0.1gを

18 加えて水浴上で5分間加熱する。冷後、水10mL及び亜鉛粉

19 末0.5gを加え、5分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液は芳香

20 族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。ただし、液の色

21 は赤色である。

22 (2) 本品の水溶液(1→1000)2mLにプロモフェノールブル

23 ー溶液(1→2000)0.2mL及び水酸化ナトリウム試液0.5mLの

24 混液を加えるとき、液は青色を呈し、これにクロロホルム

25 4mLを加えて激しく振り混ぜるとき、その青色はクロロホ

26 ルム層に移る。このクロロホルム層を分取し、振り混ぜなが

27 らラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→1000)を滴加するとき、

28 クロロホルム層は無色となる。

29 (3) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→5000)につき、紫外

30 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、

31 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、

32 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

33 認める。

34 (4) 本品の水溶液(1→100)1mLにエタノール(95)2mL、希

35 硝酸0.5mL及び硝酸銀試液1mLを加えるとき、白色の沈殿

36 を生じる。この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが、アン

37 モニア試液を加えるとき、溶ける。

38 融点 (2.60) 158~164°C(乾燥後)。

39 純度試験 アンモニウム 本品0.10gを水5mLに溶かし、水酸

40 化ナトリウム試液3mLを加えて煮沸するとき、発生するガ

41 スは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

42 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

43 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

44 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水75mLに

45 溶かした後、薄めた希塩酸(1→2)を滴加してpHを2.6~3.4に

46 調整し、メチルオレンジ試液1滴を加えて液が赤色を呈する

47 まで0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定

48 (2.50) する。

49 0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL

50 =8.962mg  $C_{27}H_{42}ClNO_2$

51 貯法

52 保存条件 遮光して保存する。

53 容器 気密容器。

## 1 ベンゼトニウム塩化物液

### 1 ベンゼトニウム塩化物液

2 Benzethonium Chloride Solution

3 塩化ベンゼトニウム液

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 ベンゼトニウム塩化物( $C_{27}H_{42}ClNO_2$ : 448.08)を含む。

6 製法 本品は「ベンゼトニウム塩化物」をとり、「常水」、  
7 「精製水」又は「精製水(容器入り)」に溶かして製する。

8 性状 本品は無色澄明の液で、においはない。

9 本品は振ると強く泡立つ。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.2gに  
12 対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、  
13 「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験(1)を準用する。

14 (2) 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.01g  
15 に対応する容量をとり、水を加えて10mLとする。この液  
16 2mLにつき、「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験(2)を準  
17 用する。

18 (3) 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」1gに  
19 対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴上で濃  
20 縮して10mLとする。この液1mLに0.1mol/L塩酸を加えて  
21 500mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
22 り吸収スペクトルを測定するとき、波長262～264nm、268  
23 ～270nm及び274～276nmに吸収の極大を示す。

24 (4) 本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.1gに  
25 対応する容量をとり、必要ならば水を加え、又は水浴上で濃  
26 縮して10mLとする。この液1mLにつき、「ベンゼトニウム  
27 塩化物」の確認試験(4)を準用する。

#### 28 純度試験

29 (1) 亜硝酸塩 本品1.0mLをグリシン溶液(1→10)1mL及  
30 び酢酸(31)0.5mLの混液に加えるとき、ガスを発生しない。

31 (2) 酸化性物質 本品5mLにヨウ化カリウム試液0.5mL  
32 及び希塩酸2～3滴を加えるとき、液は黄色を呈しない。

33 定量法 本品のベンゼトニウム塩化物( $C_{27}H_{42}ClNO_2$ )約0.2gに  
34 対応する容量を正確に量り、必要ならば水を加えて75mLと  
35 し、以下「ベンゼトニウム塩化物」の定量法を準用する。

36 0.02mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム液1mL

37 =8.962mg  $C_{27}H_{42}ClNO_2$

#### 38 貯法

39 保存条件 遮光して保存する。

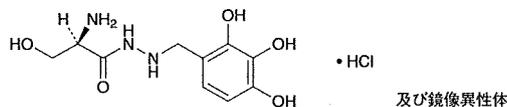
40 容器 気密容器。

# 1 ベンセラジド塩酸塩

## 1 ベンセラジド塩酸塩

2 Benserazide Hydrochloride

3 塩酸ベンセラジド



5  $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ : 293.70

6 (2*RS*)-2-Amino-3-hydroxy-

7 *N*'-(2,3,4-trihydroxybenzyl)propanoylhydrazide

8 monohydrochloride

9 [14919-77-8]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベンセラジ  
11 ド塩酸塩( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けや  
14 すく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、ジエチルエーテ  
15 ルにほとんど溶けない。

16 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0～5.0である。

17 本品は吸湿性である。

18 本品は光によって徐々に着色する。

19 本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない。

### 20 確認試験

21 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫  
22 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
23 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
24 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

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

30 (3) 本品の水溶液(1→30)10mLに硝酸銀試液を加えると  
31 き、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸  
32 を加えても溶けない。

### 33 純度試験

34 (1) 溶状 本品0.5gを水10mLに溶かした液につき、紫外  
35 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長  
36 430nmにおける吸光度は0.10以下である。

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

40 (3) 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用い  
41 て行う。本品0.25gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液  
42 とする。この液1mL及び3mLを正確に量り、メタノールを  
43 加えて正確に200mLとし、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とす  
44 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)に  
45 より試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液  
46 (2)2 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用い  
47 て調製した薄層板にスポットする。次にギ酸の塩化ナトリウ  
48 ム試液溶液(1→1000)を展開溶媒として約10cm展開した後、

49 薄層板を風乾する。これに炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧  
50 した後、風乾し、フオリン試液を均等に噴霧するとき、試料  
51 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  
52 得たスポットより濃くない。また、標準溶液(1)から得たス  
53 ポットより濃いスポットは2個以下である。

54 水分(2.48) 2.5%以下(0.5g、容量滴定法、直接滴定)。ただ  
55 し、水分測定用メタノールの代わりにサリチル酸の水分測定  
56 用メタノール溶液(3→20)を用いる。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品約0.3gを精密に量り、ギ酸5mLに溶かし、酢酸  
59 (100)50mLを加え、直ちに0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)  
60 する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

61 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.37mg  $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$

### 62 貯法

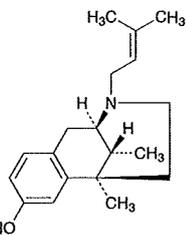
63 保存条件 遮光して保存する。

64 容器 気密容器。

1 ペンタゾシン

1 ペンタゾシン

2 Pentazocine



4  $C_{19}H_{27}NO$  : 285.42

5 (2*RS*,6*RS*,11*RS*)-6,11-Dimethyl-

6 3-(3-methylbut-2-en-1-yl)-1,2,3,4,5,6-hexahydro-

7 2,6-methano-3-benzazocin-8-ol

8 [359-83-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ペンタゾシン  
10 ( $C_{19}H_{27}NO$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品は酢酸(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、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。

15 確認試験

16 (1) 本品1mgにホルムアルデヒド液・硫酸試液0.5mLを加えるとき、濃赤色を呈し、直ちに灰褐色に変わる。

18 (2) 本品5mgを硫酸5mLに溶かし、塩化鉄(III)試液1滴を加え、水浴中で2分間加熱するとき、液の色は淡黄色から濃黄色に変わる。更に硝酸1滴を加え、振り混ぜるとき、液は黄色を保つ。

22 (3) 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。

27 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$ (278nm) : 67.5～71.5(乾燥後, 0.1g, 0.01mol/L塩酸試液, 1000mL)。

29 融点(2.60) 150～158°C

30 純度試験

31 (1) 溶状 本品0.10gを0.1mol/L塩酸試液20mLに溶かすとき、液は無色澄明である。

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

36 (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)を用いる(2ppm以下)。

39 (4) 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10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて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/イソプロピルアミン混液(94 :

46 3 : 3)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。

50 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C, 5時間)。

52 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸(100)50mL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)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

57 0.1mol/L過塩素酸1mL=28.54mg  $C_{19}H_{27}NO$

58 貯法 容器 密閉容器。

1 ペントキシベリンクエン酸塩

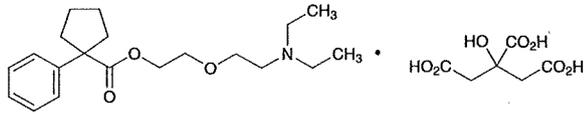
1 ペントキシベリンクエン酸塩

2 Pentoxyverine Citrate

3 クエン酸カルベタペンタン

4 クエン酸カルベタペンテン

5 クエン酸ペントキシベリン



6

7  $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7 : 525.59$

8 2-[2-(Diethylamino)ethoxy]ethyl

9 1-phenylcyclopentanecarboxylate monocitrate

10 [23142-01-0]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、ペントキシベリンク  
12 エン酸塩( $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$ )98.5%以上を含む。

13 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

16 確認試験

17 (1) 本品0.1gを水10mLに溶かし、ライネッケ塩試液  
18 10mLを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

19 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
20 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  
21 照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
22 のところに同様の強度の吸収を認める。

23 (3) 本品の水溶液(1→10)はクエン酸塩の定性反応(1.09)  
24 の(1)及び(2)を呈する。

25 融点(2.60) 92~95°C

26 純度試験

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

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

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

34 (4) 類縁物質 本品0.20gをエタノール(95)10mLに溶かし、  
35 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
36 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液  
37 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
38 試料溶液及び標準溶液15μLずつを薄層クロマトグラフィー  
39 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。風乾  
40 後直ちにクロロホルム/メタノール/酢酸エチル/アンモニ  
41 ア水(28)混液(25:10:10:1)を展開溶媒として約10cm展開  
42 した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に10分間  
43 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  
44 は、標準溶液から得たスポットより濃くない。

45 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
46 4時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸

49 (100)30mLに溶かし、無水酢酸30mLを加え、0.1mol/L過塩  
50 素酸で滴定(2.50)する(指示薬:クリスタルバイオレット試  
51 液3滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色  
52 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。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=52.56mg  $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$

54 貯法 容器 密閉容器。

## 1 ベントナイト

### 1 ベントナイト

#### 2 Bentonite

3 本品は天然に産するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムで  
4 ある。

5 性状 本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末で、においはなく、  
6 味はわずかに土様である。

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

9 本品は水に入れると膨潤する。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品0.5gに薄めた硫酸(1→3)3mLを加え、白煙が発生  
12 するまで加熱し、冷後、水20mLを加えてろ過し、ろ液5mL  
13 にアンモニア試液3mLを加えるとき、白色ゲル状の沈殿を  
14 生じる。これにアリザリンレッドS試液5滴を加えるとき、  
15 赤色に変わる。

16 (2) (1)の残留物を水で洗い、メチレンブルー溶液(1→  
17 10000)2mLを加え、次に水で洗うとき、残留物は青色を呈  
18 する。

19 pH (2.54) 本品1.0gに水50mLを加え、振り混ぜて懸濁した  
20 液のpHは9.0～10.5である。

#### 21 純度試験

22 (1) 重金属 (1.07) 本品1.5gに水80mL及び塩酸5mLを加  
23 え、20分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し、冷後、遠  
24 心分離し、上澄液をとり、沈殿を水10mLずつで2回洗い、  
25 毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を合わせ、アンモニア水  
26 (28)を滴加し、沈殿がわずかに生じたとき、強く振り動かし  
27 ながら希塩酸を滴加して再び溶かす。この液に塩酸ヒドロキ  
28 シアンモニウム0.45gを加えて加熱し、冷後、酢酸ナトリウ  
29 ム三水和物0.45g、希酢酸6mL及び水を加えて150mLとする。  
30 この液50mLをとり、これを検液とし、試験を行う。比較液  
31 は鉛標準液2.5mLに塩酸ヒドロキシアニモニウム0.15g、酢  
32 酸ナトリウム三水和物0.15g、希酢酸2mL及び水を加えて  
33 50mLとする(50ppm以下)。

34 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gに希塩酸5mLを加え、よく振  
35 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  
36 た後、遠心分離する。残留物に希塩酸5mLを加えてよく振  
37 り混ぜ、遠心分離する。更に水10mLを加え、同様に操作し、  
38 全抽出液を合わせ、水浴上で加熱濃縮して5mLとする。こ  
39 れを検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

40 (3) 異物 本品2.0gを乳鉢に入れ、水20mLを加えて膨潤  
41 させ、乳棒で均等に分散させた後、水を加えて100mLとす  
42 る。この分散液を200号(75µm)ふるいを通し、水で洗い、ふ  
43 るい目の上を指でこするとき、砂を感じない。

44 乾燥減量 (2.41) 5.0～10.0%(2g, 105℃, 2時間)。

45 ゲル形成力 本品6.0gを酸化マグネシウム0.30gと混ぜ、水  
46 200mLを入れた500mLの共栓シリンダーに数回に分けて加  
47 え、1時間揺り動かし、その懸濁液100mLを100mLのメス  
48 シリンダーに移し、24時間放置するとき、上層に分離する  
49 澄明液は2mL以下である。

50 膨潤力 本品2.0gをとり、水100mLを入れた100mLのメスシ  
51 リンダーに10回に分けて加える。ただし、先に加えた試料  
52 がほとんど沈着した後、次の試料を加える。これを24時間

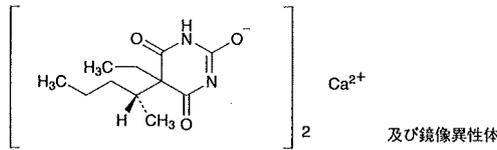
53 放置するとき、器底の塊の見かけの容積は20mLの目盛以上

54 である。

55 貯法 容器 密閉容器。

1 ペントバルビタールカルシウム

2 Pentobarbital Calcium



4 C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>CaN<sub>4</sub>O<sub>6</sub> : 490.61

5 Monocalcium bis{5-ethyl-5-[(1*R*S)-1-methylbutyl]-4,6-

6 dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate}

7 [76-74-4, ペントバルビタール]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ペントバル  
9 ビタールカルシウム(C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>CaN<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の粉末である。

11 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、  
12 アセトニトリルにほとんど溶けない。

13 本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない。

14 確認試験

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

19 (2) 本品1gにエタノール(95)5mL及び希塩酸5mLを加え、  
20 振り混ぜながら加温して溶かし、更に希塩酸5mL及び水  
21 10mLを加えて振り混ぜた後、放冷し、ろ過する。ろ液にメ  
22 チルレッド試液1滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに  
23 黄色を呈するまで加えるとき、この液はカルシウム塩の定性  
24 反応(1.09)の(1)、(2)及び(3)を呈する。

25 純度試験

26 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gにエタノール(95)5mL及び  
27 希硝酸2.5mLを加えて振り混ぜながら加温して溶かし、冷後、  
28 水を加えて50mLとし、更によく振り混ぜた後、ろ過する。  
29 初めのろ液10mLを除き、次のろ液15mLに希硝酸6mL及び  
30 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
31 較液は0.01mol/L塩酸0.30mLにエタノール(95)1.5mL、希硝  
32 酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.035%以下)。

33 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gにエタノール(95)5mL及び  
34 希塩酸5mLを加えて振り混ぜながら加温して溶かし、冷後、  
35 水を加えて80mLとし、更によく振り混ぜた後、ろ過する。  
36 初めのろ液10mLを除き、次のろ液40mLにフェノールフタ  
37 レイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となる  
38 まで滴加し、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これ  
39 を検液とし、試験を行う。比較液はエタノール(95)2.5mLに  
40 希塩酸2.5mL及び水を加えて30mLとする。次にフェノール  
41 フタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色と  
42 なるまで滴加し、鉛標準液2.0mL、希酢酸2mL及び水を加  
43 えて50mLとする(20ppm以下)。

44 (3) 類縁物質 本品10mgを水100mLに溶かし、試料溶液  
45 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
46 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
47 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー

48 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
49 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のペントバル  
50 ビタール以外のピークの面積は、いずれも標準溶液のペント  
51 バルビタールのピーク面積の3/10より大きくない。また、  
52 それらのピークの合計面積は、標準溶液のペントバルビター  
53 ルのピーク面積より大きくない。

54 試験条件

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

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からペントバルビター  
58 ルの保持時間の約3倍の範囲

59 システム適合性

60 システムの性能は定量法のシステムの性能を準用する。

61 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水を加えて  
62 正確に20mLとする。この液20μLから得たペントバル  
63 ビタールのピーク面積が、標準溶液のペントバルビ  
64 タールのピーク面積の5~15%になることを確認する。

65 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、ペントバルビタールのピー  
67 ク面積の相対標準偏差は5%以下である。

68 乾燥減量(2.41) 7.0%以下(1g, 105°C, 5時間)。

69 定量法 本品約20mgを精密に量り、水5mLに溶かし、内標準  
70 溶液5mLを正確に加えた後、水を加えて50mLとする。この  
71 液5mLを量り、水を加えて20mLとする。この液2mLを量り、  
72 水を加えて20mLとし、試料溶液とする。別にペントバルビ  
73 タール標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約18mgを精密に  
74 量り、アセトニトリル10mLに溶かし、内標準溶液5mLを正  
75 確に加え、水を加えて50mLとする。この液5mLを量り、水  
76 を加えて20mLとする。この液2mLを量り、水を加えて  
77 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
78 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
79 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するペントバルビ  
80 タールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

81 ペントバルビタールカルシウム(C<sub>22</sub>H<sub>34</sub>CaN<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$82 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1.084$$

83 M<sub>S</sub> : ペントバルビタール標準品の秤取量(mg)

84 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピル0.2gをアセ  
85 トニトリル20mLに溶かし、水を加えて100mLとする。

86 試験条件

87 検出器：紫外吸光度計(測定波長：210nm)

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

91 カラム温度：40°C付近の一定温度

92 移動相：リン酸二水素カリウム1.36gを水1000mLに溶  
93 かし、薄めたリン酸(1→10)を加えてpH4.0に調整す  
94 る。この液650mLにアセトニトリル350mLを加える。

95 流量：ペントバルビタールの保持時間が約7分になるよ  
96 うに調整する。

97 システム適合性

98 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
99 操作するとき、ペントバルビタール、内標準物質の順

## 2 ペントバルビタールカルシウム

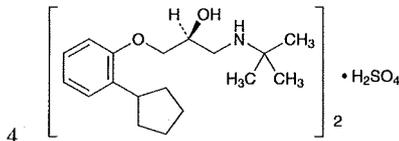
- 100 に溶出し、その分離度は5以上である。
- 101 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 102 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 103 に対するペントバルビタールのピーク面積の比の相対
- 104 標準偏差は1.0%以下である。
- 105 貯法 容器 密閉容器。

1 ペンブトロール硫酸塩

1 ペンブトロール硫酸塩

2 Penbutolol Sulfate

3 硫酸ペンブトロール



5  $(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4 : 680.94$

6 (2*S*)-3-(2-Cyclopentylphenoxy)-1-

7 (1,1-dimethylethyl)aminopropan-2-ol hemisulfate

8 [38363-32-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ペンブトロール硫酸  
10 塩 $[(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ 98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく、メタノールに溶け  
13 やすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水に溶けにくく、  
14 無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
19 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
20 る。

21 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
22 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  
23 照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
24 のところに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品0.1gに水25mLを加え、加温して溶かす。冷後、  
26 この液は硫酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

27 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20} : -23 \sim -25^\circ$  (乾燥後, 0.2g, メタノ  
28 ール, 20mL, 100mm)。

29 融点 (2.60) 213~217°C

30 純度試験

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

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

36 (3) 類縁物質 本品0.8gをメタノール10mLに溶かし、試  
37 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
38 えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
39 き、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試  
40 料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
41 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  
42 する。次に2-プロパノール/エタノール(95)/アンモニア  
43 水(28)混液(85 : 12 : 3)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
44 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
45 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  
46 溶液から得たスポットより濃くない。

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

48 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.8gを精密に量り、無水酢酸/  
50 酢酸(100)混液(7 : 3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
51 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
52 補正する。

53 0.1mol/L過塩素酸1mL=68.09mg  $(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

54 貯法 容器 密閉容器。

1 ホウ酸

1 ホウ酸

2 Boric Acid

3  $H_3BO_3$  : 61.83

4 本品を乾燥したものは定量するとき、ホウ酸  
5 ( $H_3BO_3$ )99.5%以上を含む。

6 性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい  
7 はなく、わずかに特異な味がある。

8 本品は温湯、熱エタノール(95)又はグリセリンに溶けやす  
9 く、水又はエタノール(95)にやや溶けやすく、ジエチルエー  
10 テルにほとんど溶けない。

11 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.5~4.1である。

12 確認試験 本品の水溶液(1→20)はホウ酸塩の定性反応 (1.09)  
13 を呈する。

14 純度試験

15 (1) 溶状 本品1.0gを水25mL又は熱エタノール  
16 (95)10mLに溶かすとき、いずれも液は無色澄明である。

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

20 (3) ヒ素 (1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を  
21 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

22 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(2g, シリカゲル, 5時間)。

23 定量法 本品を乾燥し、その約1.5gを精密に量り、D-ソルビ  
24 トール15g及び水50mLを加え、加温して溶かし、冷後、  
25 1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬: フェ  
26 ノールフタレイン試液2滴)。

27 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=61.83mg  $H_3BO_3$

28 貯法 容器 密閉容器。

1 ホウ砂

1 ホウ砂

2 Sodium Borate

3  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  : 381.37

4 本品は定量するとき、ホウ砂( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )99.0～  
5 103.0%を含む。

6 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  
7 で、においはなく、わずかに特異な塩味がある。

8 本品はグリセリンに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エ  
9 タノール(95)、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほ  
10 とんど溶けない。

11 本品は乾燥空气中に放置するとき、風解し、白色の粉末で  
12 覆われる。

13 確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及びホウ酸塩  
14 の定性反応 (1.09) を呈する。

15 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは9.1～  
16 9.6である。

17 純度試験

18 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに加え、わずかに加温して  
19 溶かすとき、液は無色澄明である。

20 (2) 炭酸塩又は炭酸水素塩 本品を粉末とし、その1.0gに  
21 新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かし、希塩酸  
22 3mLを加えるとき、泡立たない。

23 (3) 重金属 (1.07) 本品1.5gに水25mL及び1mol/L塩酸  
24 試液7mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を  
25 加え、液がわずかに赤色を呈するまでアンモニア試液を加え  
26 た後、再び無色となるまで希酢酸を滴加し、更に希酢酸  
27 2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
28 行う。比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸2mL及び水を加え  
29 て50mLとする(20ppm以下)。

30 (4) ヒ素 (1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を  
31 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

32 定量法 本品約2gを精密に量り、水50mLに溶かし、0.5mol/L  
33 塩酸で滴定 (2.50) する(指示薬：メチルレッド試液3滴)。

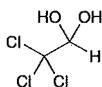
34 0.5mol/L塩酸1mL=95.34mg  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

35 貯法 容器 気密容器。

1 抱水クロラール

1 抱水クロラール

2 Chloral Hydrate



4  $C_2H_3Cl_3O_2$  : 165.40

5 2,2,2-Trichloroethane-1,1-diol

6 [302-17-0]

7 本品は定量するとき、抱水クロラール( $C_2H_3Cl_3O_2$ )99.5%  
8 以上を含む。

9 性状 本品は無色の結晶で、刺激性のにおいがあり、味は刺激  
10 性でやや苦い。

11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又はジエチ  
12 ルエーテルに溶けやすい。

13 本品は空气中で徐々に揮散する。

14 確認試験

15 (1) 本品0.2gを水2mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液  
16 2mLを加えるとき、液は混濁し、加温するとき、澄明の二  
17 液層となる。

18 (2) 本品0.2gにアニリン3滴及び水酸化ナトリウム試液3  
19 滴を加えて加熱するとき、フェニルイソシアニド(有毒)の不  
20 快なにおいを発する。

21 純度試験

22 (1) 溶状 本品1.0gを水2mLに溶かすとき、液は無色澄  
23 明である。

24 (2) 酸 本品0.20gを水2mLに溶かし、メチルオレンジ試  
25 液1滴を加えるとき、液は黄色である。

26 (3) 塩化物 (1.03) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
27 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)。

28 (4) クロラールアルコール 本品1.0gに水酸化ナトリウ  
29 ム試液10mLを加えて加温し、上層液をろ過し、ろ液が黄色  
30 を呈するまでヨウ素試液を加え、1時間放置するとき、黄色  
31 の沈殿を生じない。

32 (5) ベンゼン (1)の液に水3mLを加えて加温するとき、  
33 ベンゼンのにおいを発しない。

34 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

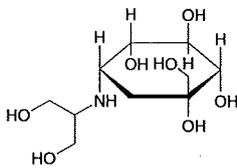
35 定量法 本品約4gを共栓フラスコに精密に量り、水10mL及び  
36 正確に1mol/L水酸化ナトリウム液40mLを加え、正確に2分  
37 間放置し、過量の水酸化ナトリウムを直ちに0.5mol/L硫酸  
38 で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)。  
39 同様の方法で空試験を行う。

40 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=165.4mg  $C_2H_3Cl_3O_2$

41 貯法 容器 気密容器。

## 1 ボグリボース

## 2 Voglibose



3

4  $C_{10}H_{21}NO_7$  : 267.28

5 3,4-Dideoxy-4-[2-hydroxy-1-

6 (hydroxymethyl)ethylamino]-2-C-(hydroxymethyl)-

7 D-*epi*-inositol

8 [83480-29-9]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ボグリボース( $C_{10}H_{21}NO_7$ )99.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。

15 本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける。

## 16 確認試験

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

21 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(3→70)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 $^1H$ を測定するとき、 $\delta$  1.5ppm付近に2組の二重線シグナルA、 $\delta$  2.1ppm付近に2組の二重線シグナルB、 $\delta$  2.9ppm付近に多重線のシグナルC、 $\delta$  3.4~3.9ppm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1 : 1 : 1 : 10である。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +45~+48(脱水物に換算したもの0.2g, 0.1mol/L塩酸試液, 20mL, 100mm)。

31 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは9.8~10.4である。

33 融点(2.60) 163~168°C

## 34 純度試験

35 (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。ただし、検液は希酢酸の代わりに希塩酸を加えてpH3.0~3.5に調整する。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)。

39 (2) 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50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(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、試料溶液のボグリボース以外のピークの合計面積は、標準溶液のボグリボースのピーク面積の1/5以下である。ただし、ボグリボースに対する相対保持時間約1.7、約2.0及び約2.3のピーク面積は、

48 感度係数2、2及び2.5をそれぞれ乗じた値とする。

## 49 試験条件

50 装置：移動相及び反応試薬送液用の2つのポンプ、試料導入部、カラム、反応コイル、冷却コイル、検出器及び記録装置よりなり、反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる。

54 検出器：蛍光光度計(励起波長：350nm, 蛍光波長：430nm)

56 カラム：内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズを充てんする。

60 カラム温度：25°C付近の一定温度

61 反応コイル：内径0.5mm, 長さ20mのポリテトラフルオロエチレンチューブ

63 冷却コイル：内径0.3mm, 長さ2mのポリテトラフルオロエチレンチューブ

65 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56gに水を加えて500mLとした液にリン酸一水素ナトリウム十二水和物3.58gに水を加え、500mLとした液を加えて、pH6.5に調整する。この液370mLにアセトニトリル630mLを加える。

70 反応液：タウリン6.25g及び過ヨウ素酸ナトリウム2.56gを水に溶かし、1000mLとする。

72 反応温度：100°C付近の一定温度

73 冷却温度：15°C付近の一定温度

74 移動相流量：ボグリボースの保持時間が約20分になるように調整する。

76 反応液流量：移動相の流量に同じ

77 面積測定範囲：溶媒のピークの後からボグリボースの保持時間の約2.5倍の範囲

## 79 システム適合性

80 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとする。この液50 $\mu$ Lから得たボグリボースのピーク面積が標準溶液のボグリボースのピーク面積の7~13%になることを確認する。

84 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ボグリボースのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、0.8~1.2である。

88 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

91 水分(2.48) 0.2%以下(0.5g, 電量滴定法)。

92 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

93 定量法 本品約0.4gを精密に量り、酢酸(100)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。

96 0.1mol/L過塩素酸1mL=26.73mg  $C_{10}H_{21}NO_7$

97 貯法 容器 気密容器。

## 1 ボグリボース錠

## 2 Voglibose 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 ボグリボース(C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>7</sub>; 267.28)を含む。

5 製法 本品は「ボグリボース」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「ボグリボース」  
8 5mgに対応する量を取り、水40mLを加えて激しく振り混ぜ  
9 た後、遠心分離する。上澄液をカラム(100~200 $\mu$ mのカ  
10 ムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)1.0mL  
11 を内径8mm、高さ130mmのクロマトグラフィー管に注入し  
12 て調製したもの)に入れ、1分間約5mLの速度で流出する。  
13 次に水200mLを用いてカラムを洗った後、薄めたアンモニ  
14 ア試液(1→4)10mLを用いて1分間約5mLの速度で流出する。  
15 この流出液を孔径0.22 $\mu$ m以下のメンブランフィルターで2  
16 回ろ過する。ろ液を減圧で50 $^{\circ}$ Cにして蒸発乾固し、残留物  
17 を水/メタノール混液(1:1)0.5mLに溶かし、試料溶液とす  
18 る。別に定量用ボグリボース20mgを水/メタノール混液  
19 (1:1)2mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、  
20 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
21 液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリ  
22 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  
23 ン/アンモニア水(28)/水混液(5:3:1)を展開溶媒として  
24 約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気  
25 中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶  
26 液から得たスポットは黄褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等し  
27 い。

28 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  
29 き、適合する。

30 本品1個をとり、表示量に従い1mL中にボグリボース  
31 (C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>7</sub>)約40 $\mu$ gを含む液になるように移動相V mLを正  
32 確に加え、振り混ぜて完全に崩壊させた後、遠心分離する。  
33 上澄液をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターで  
34 ろ過する。初めのろ液1mLを除き、次のろ液を試料溶液と  
35 する。以下定量法を準用する。

36 ボグリボース(C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>7</sub>)の量(mg)

$$37 = M_S \times A_T / A_S \times V / 500$$

38 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量(mg)

39 定量法 本品20個をとり、移動相80mLを加え、振り混ぜて完  
40 全に崩壊させた後、表示量に従いボグリボース(C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>7</sub>)  
41 約4mgに対する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に  
42 100mLとし、遠心分離する。上澄液を孔径0.45 $\mu$ m以下のメ  
43 ンブランフィルターでろ過する。初めのろ液1mLを除き、  
44 次のろ液を試料溶液とする。別に定量用ボグリボース(別途  
45 「ボグリボース」と同様の方法で水分 (2.48) を測定してお  
46 く)約20mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に25mLと  
47 する。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
48 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ L  
49 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
50 (2.01) により試験を行い、それぞれの液のボグリボースの  
51 ピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

52 ボグリボース(C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>7</sub>)の量(mg)

$$53 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 500$$

54 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量(mg)

55 試験条件

56 装置: 移動相及び反応試液送液用の2つのポンプ、試料  
57 導入部、カラム、反応コイル、冷却コイル、検出器並  
58 びに記録装置よりなり、反応コイル及び冷却コイルは  
59 恒温に保たれるものを用いる。

60 検出器: 蛍光光度計(励起波長: 350nm, 蛍光波長:  
61 430nm)

62 カラム: 内径4mm、長さ15cmのステンレス管に、5 $\mu$ m  
63 の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化  
64 シリカゲルを充てんする。

65 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

66 反応コイル: 内径0.5mm、長さ20mのポリテトラフル  
67 オロエチレンチューブ

68 冷却コイル: 内径0.3mm、長さ2mのポリテトラフルオ  
69 ロエチレンチューブ

70 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56gに水を  
71 加えて500mLとした液に、リン酸水素二ナトリウム  
72 十二水和物3.58gに水を加えて500mLとした液を加  
73 えてpH6.5に調整する。この液300mLにアセトニトリ  
74 ル600mLを加える。

75 反応液: タウリン6.25g及び過ヨウ素酸ナトリウム2.56g  
76 を水に溶かし、1000mLとする。

77 反応温度: 100 $^{\circ}$ C付近の一定温度

78 冷却温度: 15 $^{\circ}$ C付近の一定温度

79 移動相流量: ボグリボースの保持時間が約20分になる  
80 ように調整する。

81 反応液流量: 移動相の流量に同じ

82 システム適合性

83 システムの性能: 定量用ボグリボース2mg及び乳糖一水  
84 和物0.2gを水5mLに溶かした後、移動相を加えて  
85 50mLとする。この液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
86 作するとき、乳糖、ボグリボースの順に溶出し、その  
87 分離度は4以上である。

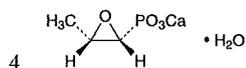
88 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
89 で試験を6回繰り返すとき、ボグリボースのピーク面  
90 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

91 貯法 容器 気密容器。

1 ホスホマイシンカルシウム水和物

2 Fosfomycin Calcium Hydrate

3 ホスホマイシンカルシウム



5 C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>CaO<sub>4</sub>P · H<sub>2</sub>O : 194.14

6 Monocalcium(2R,3S)-3-methyloxiran-2-ylphosphonate

7 monohydrate

8 [26016-98-8]

9 本品は、*Streptomyces fradiae*の培養又は合成によって得  
10 られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である。

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり725～  
12 805µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ホスホマイシ  
13 ン(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>4</sub>P : 138.06)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

15 本品は水に溶けにくく、メタノール又はエタノール(99.5)  
16 にほとんど溶けない。

17 確認試験

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

22 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→300)  
23 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  
24 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  
25 共鳴スペクトル測定法(2.21)により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ  
26 1.5ppm付近に二重線のシグナルを示し、δ 2.9ppm付近に二  
27 重の二重線のシグナルを示し、δ 3.3ppm付近に多重線のシ  
28 グナルを示し、δ 1.4ppm付近にシグナルを認めない。

29 (3) 本品の水溶液(1→500)はカルシウム塩の定性反応(3)  
30 (1.09)を呈する。

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -2.5～-5.4°(脱水物に換算したもの  
32 0.5g, pH8.5の0.4mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナ  
33 トリウム試液, 10mL, 100mm)。

34 リン含量 本品約0.1gを精密に量り、過ヨウ素酸ナトリウム溶  
35 液(107→10000)40mL及び過塩素酸2mLを加え、水浴中で1  
36 時間加熱する。冷後、水を加えて正確に200mLとする。こ  
37 の液10mLを正確に量り、ヨウ化カリウム試液1mLを加える。  
38 この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え、水  
39 を加えて正確に100mLとし、試料原液とする。別にリン酸  
40 二水素カリウム約70mgを精密に量り、試料原液と同様に操  
41 作し、標準原液とする。更に本品を用いないで試料原液と同  
42 様に操作し、空試験原液とする。試料原液、標準原液及び空  
43 試験原液5mLずつを正確に量り、それぞれにセモリブデン  
44 酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1-アミノ-2-ナ  
45 フトール-4-スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜた後、  
46 水を加えて正確に25mLとし、試料溶液、標準溶液及び空試  
47 験溶液とする。これらの液を20±1°Cで30分間放置した後、  
48 それぞれの液につき、水を対照として、紫外可視吸光度測定  
49 法(2.24)により試験を行い、波長740nmにおける吸光度A<sub>T</sub>、  
50 A<sub>S</sub>、及びA<sub>B</sub>を測定するとき、リンの量は15.2～16.7%であ

51 る。

52 
$$\text{リン(P)の量(mg)} = M \times (A_T - A_B) / (A_S - A_B) \times 0.22760$$

53 M : リン酸二水素カリウムの秤取量(mg)

54 カルシウム含量 本品約0.2gを精密に量り、1mol/L塩酸試液  
55 4mLを加え、試料が完全に溶けるまで振り混ぜる。次に水  
56 100mL、水酸化ナトリウム試液9mL及びメチルチモールブ  
57 ルー・塩化ナトリウム指示薬0.1gを加え、0.05mol/Lエチレ  
58 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  
59 とき、カルシウムの量は19.6～21.7%である。ただし、滴定  
60 の終点は、さえた青色から灰色又は灰紫色に変わるときとす  
61 る。同様の方法で空試験を行い、補正する。

62 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
63 1mL  
64 =2.004mg Ca

65 純度試験

66 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gに0.25mol/Lの酢酸試液  
67 40mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、第1法  
68 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
69 える(20ppm以下)。

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

72 水分(2.48) 12.0%以下(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定。ただ  
73 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  
74 ド/水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

75 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
76 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

77 (i) 試験菌 *Proteus* sp. (MB 838)を用いる。  
78 (ii) 培地 ペプトン5.0g, 肉エキス3.0g, 酵母エキス2.0g,  
79 カンテン15g及び水1000mLを混和して滅菌し、基層用及び  
80 種層用カンテン培地とする。ただし、滅菌後のpHは6.5～  
81 6.6とする。

82 (iii) 種層カンテン培地 試験菌を37°Cで40～48時間、試  
83 験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し、少な  
84 くとも3回継代培養する。生育した菌をルー瓶に入れた試験  
85 菌移植用カンテン培地300mLの表面に接種し、37°Cで40～  
86 48時間培養した後、発育した菌を水約30mLに懸濁する。こ  
87 の液に水を加えて試験菌液とする。加える水の量は、水で  
88 10倍に希釈した試験菌液の波長560nmにおける透過率が  
89 17%になる量とする。試験菌液は10°C以下に保存し、7日以  
90 内に使用する。試験菌液1.0～2.0mLを、48°Cに保った種層  
91 用カンテン培地100mLに加え、十分に混合し、種層カンテ  
92 ン培地とする。

93 (iv) 標準溶液 ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標  
94 準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH7.0の  
95 0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとし、標準  
96 原液とする。標準原液は5°C以下に保存し、7日以内に使用  
97 する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH7.0の  
98 0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10µg(力価)  
99 及び5µg(力価)を含むように薄め、高濃度標準溶液及び低濃  
100 度標準溶液とする。

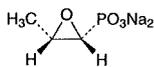
101 (v) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量

## 2 ホスホマイシンカルシウム水和物

102 り、pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に  
103 50mLとする。この液適量を正確に量り、pH7.0の  
104 0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10 $\mu$ g(力価)  
105 及び5 $\mu$ g(力価)を含むように薄め、高濃度試料溶液及び低濃  
106 度試料溶液とする。  
107 貯法 容器 気密容器。

1 ホスホマイシンナトリウム

2 Fosfomycin Sodium



4 C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>4</sub>P : 182.02

5 Disodium(2*R*,3*S*)-3-methyloxiran-2-ylphosphonate

6 [26016-99-9]

7 本品は、*Streptomyces fradiae*の培養又は合成によって得  
8 られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である。

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり725～  
10 770μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ホスホマイシ  
11 ン(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>4</sub>P : 138.06)としての量を質量(力価)で示す。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けにく  
14 く、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

15 確認試験

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

20 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→300)  
21 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  
22 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  
23 共鳴スペクトル測定法(2.21)により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ  
24 1.5ppm付近に二重線のシグナルを示し、δ 2.8ppm付近に二  
25 重の二重線のシグナルを示し、δ 3.3ppm付近に多重線のシ  
26 グナルを示し、δ 1.3ppm付近にシグナルを認めない。

27 (3) 本品の水溶液(1→500)はナトリウム塩の定性反応(1)  
28 (1.09)を呈する。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -3.5～-5.5°(脱水物に換算したもの  
30 0.5g, 水, 10mL, 100mm)。

31 pH(2.54) 本品0.70gを水10mLに溶かした液のpHは8.5～  
32 10.5である。

33 リン含量 本品約0.1gを精密に量り、過ヨウ素酸ナトリウム溶  
34 液(107→10000)40mL及び過塩素酸2mLを加え、水浴中で1  
35 時間加熱する。冷後、水を加えて正確に200mLとする。こ  
36 の液10mLを正確に量り、ヨウ化カリウム試液1mLを加える。  
37 この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え、更  
38 に水を加えて正確に100mLとし、試料原液とする。別にリ  
39 ン酸二水素カリウム約70mgを精密に量り、試料原液と同様  
40 に操作し、標準原液とする。更に本品を用いないで試料原液  
41 と同様に操作し、空試験原液とする。試料原液、標準原液及  
42 び空試験原液5mLずつを正確に量り、それぞれにセモリブ  
43 デン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL及び1-アミノ-2  
44 -ナフトール-4-スルホン酸試液1mLを加えて振り混ぜた  
45 後、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液、標準溶液及び  
46 空試験溶液とする。これらの液を20±1°Cで30分間放置した  
47 後、それぞれの液につき、水を対照として、紫外可視吸光度  
48 測定法(2.24)により試験を行い、波長740nmにおける吸光  
49 度A<sub>T</sub>、A<sub>S</sub>、及びA<sub>B</sub>を測定するとき、リンの量は16.2～

50 17.9%である。

51  $\text{リン(P)の量(mg)} = M \times (A_T - A_B) / (A_S - A_B) \times 0.228$

52 M : リン酸二水素カリウムの秤取量(mg)

53 純度試験

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

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

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

61 水分(2.48) 3.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

62 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  
63 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

64 (i) 試験菌 *Proteus* sp. (MB 838)を用いる。

65 (ii) 培地 ペプトン5.0g, 肉エキス3.0g, 酵母エキス2.0g,  
66 カンテン15g及び水1000mLを混和して滅菌し、基層用及び  
67 種層用カンテン培地とする。ただし、滅菌後のpHは6.5～  
68 6.6とする。

69 (iii) 種層カンテン培地 試験菌を37°Cで40～48時間、試  
70 験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し、少な  
71 くとも3回継代培養する。生育した菌をルー瓶に入れた試験  
72 菌移植用カンテン培地300mLの表面に接種し、37°Cで40～  
73 48時間培養した後、発育した菌を水約30mLに懸濁する。こ  
74 の液に水を加えて試験菌液とする。加える水の量は、水で  
75 10倍に希釈した試験菌液の波長560nmにおける透過率が  
76 17%になる量とする。試験菌液は10°C以下に保存し、7日以  
77 内に使用する。試験菌液1.0～2.0mLを、48°Cに保った種層  
78 用カンテン培地100mLに加え、十分に混合し、種層カンテ  
79 ン培地とする。

80 (iv) 標準溶液 ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標  
81 準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH7.0の  
82 0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に50mLとし、標準  
83 原液とする。標準原液は5°C以下に保存し、7日以内に使用  
84 する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH7.0の  
85 0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)  
86 及び5μg(力価)を含むように薄め、高濃度標準溶液及び低濃  
87 度標準溶液とする。

88 (v) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
89 り、pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液に溶かして正確に  
90 50mLとする。この液適量を正確に量り、pH7.0の  
91 0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加えて1mL中に10μg(力価)  
92 及び5μg(力価)を含むように薄め、高濃度試料溶液及び低濃  
93 度試料溶液とする。

94 貯法 容器 密封容器。

## 1 注射用ホスホマイシンナトリウム

### 1 注射用ホスホマイシンナトリウム

#### 2 Fosfomycin Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に

5 対応するホスホマイシン( $C_3H_7O_4P$ : 138.06)を含む。

6 製法 本品は「ホスホマイシンナトリウム」をとり、注射剤の

7 製法により製する。

8 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

#### 9 確認試験

10 (1) 本品約0.1gを過塩素酸溶液(1→4)3mLに溶かし、  
11 0.1mol/L過ヨウ素酸ナトリウム溶液1mLを加え、水浴中  
12 60°Cで30分間加温する。冷後、水50mLを加え、炭酸水素ナ  
13 トリウム飽和溶液を加えて中和する。この液にヨウ化カリウ  
14 ム試液1mLを加えるとき、空試験では赤色を呈するが、本  
15 試験においては赤色を呈しない。

16 (2) 本品の水溶液(1→250)2mLに過塩素酸1mL及び  
17 0.1mol/L過ヨウ素酸ナトリウム溶液2mLを加え、水浴中で  
18 10分間加熱する。冷後、セモリブデン酸六アンモニウム・  
19 硫酸試液1mL及び1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン  
20 酸試液1mLを加えて30分間放置するとき、液は青色を呈す  
21 る。

22 (3) 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」  
23 0.1g(力価)に対応する量を水50mLに溶かした液につき、  
24 「ホスホマイシンナトリウム」の確認試験(3)を準用する。  
25 pH (2.54) 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウ  
26 ム」1.0g(力価)に対応する量を水20mLに溶かした液のpHは  
27 6.5～8.5である。

28 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリ  
29 ム」1.0g(力価)に対応する量を水10mLに溶かすとき、液  
30 は無色澄明である。

31 水分 (2.48) 4.0%以下(0.1g, 電量滴定法)。

32 エンドトキシン (4.01) 0.025EU/mg(力価)未満。

33 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

34 不溶性異物 (6.06) 第2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 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
39 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

40 (i) 試験菌、培地、種層カンテン培地及び標準溶液は「ホ  
41 スホマイシンナトリウム」の定量法を準用する。

42 (ii) 試料溶液 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密  
43 に量る。表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」約  
44 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH7.0の0.05mol/L  
45 トリス緩衝液に溶かして正確に50mLとする。この液適量を  
46 正確に量り、pH7.0の0.05mol/Lトリス緩衝液を正確に加え  
47 て1mL中に10 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高  
48 濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

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

1 乾燥ボツリヌスウマ抗毒素

1 乾燥ボツリヌスウマ抗毒素

2 Freeze-dried Botulism Antitoxin, Equine

3 乾燥ボツリヌス抗毒素

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品はウマ免疫グロブリン中のA型ボツリヌス抗毒素、B  
6 型ボツリヌス抗毒素、E型ボツリヌス抗毒素及びF型ボツリ  
7 ヌス抗毒素を含む。ただし、そのいずれかの1種、2種又は  
8 その3種を含むものとしてすることができる。

9 本品は生物学的製剤基準の乾燥ボツリヌスウマ抗毒素の条  
10 に適合する。

11 性状 本品は溶剤を加えるとき、無色～黄褐色の澄明又はわず  
12 かに白濁した液となる。

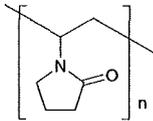
# 1 ポビドン

## 1 ポビドン

2 Povidone

3 ポリビドン

4 ポリビニルピロリドン



6 (C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>NO)<sub>n</sub>

7 Poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene]

8 [9003-39-8]

9 本品は1-ビニル-2-ピロリドンの直鎖重合体である。

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、窒素(N：  
11 14.01)11.5~12.8%を含む。

12 本品のK値は25~90である。

13 本品はそのK値を表示する。

14 性状 本品は白色又はわずかに黄味を帯びた細かい粉末で、に  
15 おいはないか、又はわずかに特異なおいがある。

16 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、  
17 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  
18 い。

19 本品は吸湿性である。

20 確認試験 本品を105℃で6時間乾燥し、赤外吸収スペクトル  
21 測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本  
22 品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はポビドン標準品  
23 (105℃で6時間乾燥したもの)のスペクトルを比較するとき、  
24 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

26 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは、表示  
27 のK値が30又はそれ以下のものについては3.0~5.0であり、  
28 表示のK値が30を超えるものについては4.0~7.0である。

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液は無色~  
31 微黄色又は微赤色澄明である。

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

35 (3) アルデヒド 本品約1.0gを精密に量り、pH9.0の  
36 0.05mol/Lピロリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100mLとす  
37 る。密栓し、60℃で60分間加温した後室温になるまで放冷  
38 し、試料溶液とする。別に新たに蒸留したアセトアルデヒド  
39 0.100gをとり、4℃の水に溶かして正確に100mLとする。こ  
40 の液を4℃で約20時間放置し、その1mLを正確に量り、  
41 pH9.0の0.05mol/Lピロリン酸塩緩衝液を加えて正確に  
42 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び水  
43 0.5mLずつを別々のセルに入れ、pH9.0の0.05mol/Lピロリ  
44 ン酸塩緩衝液2.5mL、及びβ-ニコチンアミドアデニンジヌ  
45 クレオチド試液0.2mLを加え、かき混ぜた後密栓して22±  
46 2℃で2~3分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、  
47 紫外可視吸光度測定法(2.24)により波長340nmにおける吸  
48 光度を測定し、それぞれの液の吸光度をA<sub>T1</sub>、A<sub>S1</sub>及びA<sub>B1</sub>と

49 する。更にそれぞれの液にアルデヒドデヒドロゲナーゼ試液  
50 0.05mLを加え、かき混ぜた後密栓して22±2℃で5分間放置  
51 し、同様に操作して吸光度を測定し、それぞれの液の吸光度  
52 をそれぞれA<sub>T2</sub>、A<sub>S2</sub>及びA<sub>B2</sub>とすると、アルデヒドの量は  
53 アセトアルデヒドとして500ppm以下である。

$$54 \text{ アルデヒドの量(ppm)} = \frac{1000}{M} \times \frac{(A_{T2} - A_{T1}) - (A_{B2} - A_{B1})}{(A_{S2} - A_{S1}) - (A_{B2} - A_{B1})}$$

55 M: 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

56 (4) 1-ビニル-2-ピロリドン 本品約0.25gを精密に量  
57 り、薄めたメタノール(1→5)に溶かし、正確に10mLとし、  
58 試料溶液とする。別に1-ビニル-2-ピロリドン50mgをと  
59 り、メタノールに溶かして正確に100mLとする。この液  
60 1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとす  
61 る。この液5mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→5)を加  
62 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
63 準溶液50μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
64 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の1-ビニ  
65 ル-2-ピロリドンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定するとき、  
66 1-ビニル-2-ピロリドンの量は10ppm以下である。

$$67 \text{ 1-ビニル-2-ピロリドンの量(ppm)} = 2.5 / M \times A_T / A_S$$

68 M: 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

69 操作条件

70 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

71 カラム: 内径約4mm、長さ約25mm及び内径約4mm、  
72 長さ約250mmのそれぞれステンレス管に5μmの液体  
73 クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを  
74 充てんし、それぞれプレカラム及び分離カラムとする。  
75 カラム温度: 40℃付近の一定温度

76 移動相: 水/メタノール混液(4:1)

77 流量: 1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間が約10分  
78 になるように調整する。

79 カラムの選定: 1-ビニル-2-ピロリドン0.01g及び酢  
80 酸ビニル0.5gをメタノール100mLに溶かす。この液  
81 1mLをとり、薄めたメタノール(1→5)を加えて  
82 100mLとする。この液50μLにつき、上記の条件で操  
83 作するとき、1-ビニル-2-ピロリドン、酢酸ビニ  
84 ルの順に溶出し、その分離度が2.0以上のものを用い  
85 る。

86 検出感度: 標準溶液50μLから得た1-ビニル-2-ピロ  
87 リドンのピーク高さが10~15mmになるように調整  
88 する。

89 試験の再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験を6  
90 回繰り返すとき、1-ビニル-2-ピロリドンのピー  
91 ク面積の相対標準偏差は2%以下である。

92 プレカラムの洗浄: 試料溶液を試験した後、移動相をプ  
93 レカラムに上記の流量で約30分間、試験操作と逆の  
94 方向に流し、試料を溶出させて洗浄する。

95 (5) 過酸化水素 本品の換算した脱水物4.0gに対応する量を  
96 正確に量り、水に溶かし、正確に100mLとし、試料溶液と  
97 する。この液25mLに塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液2mLを加え  
98 30分間放置する。この液につき、試料溶液25mLに13%硫酸

- 99 2mLを加えた液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)
- 100 により試験を行うとき、波長405nmにおける吸光度は0.35
- 101 以下である(過酸化水素として400ppm以下)。
- 102 (6) ヒドラジン 本品2.5gを容量50mLの遠心沈殿管に入れ、
- 103 水25mLを加え、かき混ぜて溶かす。サリチルアルデヒドの
- 104 メタノール溶液(1→20)500 $\mu$ Lを加え、かき混ぜ、60℃
- 105 の水浴中で15分間加温する。冷後、トルエン2.0mLを加え、
- 106 密栓して2分間激しく振り混ぜ、遠心分離し、上層のトルエン
- 107 液を試料溶液とする。別にサリチルアルゲジン0.09gをトル
- 108 エンに溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確
- 109 に量り、トルエンを加えて正確に100mLとし、標準溶液と
- 110 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03)
- 111 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層
- 112 クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤
- 113 入り)を用いて調製した厚さ0.25mmの薄層板にスポットす
- 114 る。次に薄めたメタノール(2→3)を展開溶媒として薄層板の
- 115 長さの約3/4の距離を展開した後、薄層板を風乾する。こ
- 116 れに365nmの紫外線を照射するとき、標準溶液から得た蛍
- 117 光スポットの $R_f$ 値は約0.3で、標準溶液から得たスポットに
- 118 対応する位置の試料溶液から得たスポットの蛍光は標準溶液
- 119 のそれよりも濃くない(1ppm以下)。
- 120 水分 (2.48) 5.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。
- 121 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 122 K値 本品の換算した脱水物1.00gに対応する量を精密に量り、
- 123 水を加えて溶かし、正確に100mLとし、60分間放置し、試
- 124 料溶液とする。試料溶液及び水につき、25℃で粘度測定法
- 125 第1法 (2.53) により試験を行い、次式によりK値を求めると
- 126 き、表示K値の90~108%である。

$$127 \quad K = \frac{1.5 \log \eta_{rel} - 1}{0.15 + 0.003c} + \frac{\sqrt{300c \log \eta_{rel} + (c + 1.5c \log \eta_{rel})^2}}{0.15c + 0.003c^2}$$

- 128  $c$ : 溶液100mL中の換算した脱水物の質量(g)
- 129  $\eta_{rel}$ : 水の動粘度に対する試料溶液の動粘度の比

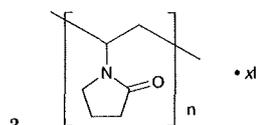
- 130 定量法 本品約0.1gを精密に量り、ケルダールフラスコに入れ、
- 131 これに硫酸カリウム33g, 硫酸銅(II)五水和物1g及び酸化チ
- 132 タン(IV)1gの混合物を粉末とし、その5gを加え、フラスコの
- 133 首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にフラスコの内
- 134 壁に沿って硫酸7mLを加える。フラスコを徐々に加熱し、
- 135 液が黄緑色澄明になり、フラスコの内壁に炭化物を認めなく
- 136 なってから更に45分間加熱を続ける。冷後、水20mLを注意
- 137 しながら加えて冷却する。フラスコを、あらかじめ水蒸気
- 138 を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶液(1→
- 139 25)30mL及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液3
- 140 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器の下端をこの液に浸す。
- 141 漏斗から水酸化ナトリウム溶液(2→5)30mLを加え、注意
- 142 して水10mLで洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管のピ
- 143 ンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液80~100mLを得る
- 144 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
- 145 の部分で洗い込み0.025mol/L硫酸で滴定 (2.50) する。ただ
- 146 し、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変
- 147 わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

- 148 0.025mol/L硫酸1mL=0.700mg N

# 1 ポビドンヨード

## 1 ポビドンヨード

### 2 Povidone-Iodine



4  $(C_6H_9NO)_n \cdot xI$

5 Poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene]iodine

6 [25655-41-8]

7 本品は1-ビニル-2-ピロリドンの重合体とヨウ素の複  
8 合体である。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、有効ヨウ素  
10 (I : 126.90)9.0~12.0%及び窒素(N : 14.01)9.5~11.5%を  
11 含む。

12 性状 本品は暗赤褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。  
13 本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

14 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは1.5~3.5である。

#### 15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→10)1滴を薄めたデンプン試液(1→  
17 10)10mLに加えるとき、液は濃い青色を呈する。

18 (2) 本品の水溶液(1→100)1mLにチオ硫酸ナトリウム試  
19 液1mLを加えた後、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバ  
20 ルト(II)試液1mL及び1mol/L塩酸試液2滴を加えるとき、液  
21 は青色を呈し、徐々に青色の沈殿を生じる。

#### 22 純度試験

23 (1) 溶状 本品0.30gを水100mLに溶かすとき、液は褐色  
24 澄明である。

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

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

30 (4) ヨウ化物イオン 本品約0.5gを精密に量り、水  
31 100mLに溶かし、亜硫酸水素ナトリウム試液をヨウ素の色  
32 が完全に消失するまで加える。次に0.1mol/L硝酸銀液25mL  
33 を正確に加え、更に硝酸10mLを加えてよく振り混ぜた後、  
34 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  
35 定(2.50)し、全ヨウ素量を求める(指示薬：硫酸アンモニウ  
36 ム鉄(III)試液1mL)。ただし、滴定の終点は液が赤褐色を呈  
37 するときとする。同様の方法で空試験を行う。

38 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1mL=12.69mg I

39 全ヨウ素量(%)から有効ヨウ素の量(%)を差し引いて乾燥  
40 物に換算したヨウ化物イオンの量を求めるとき、6.6%以下  
41 である。

42 乾燥減量 (2.41) 8.0%以下(1g, 100°C, 3時間)。

43 強熱残分 (2.44) 0.05%以下(5g)。

#### 44 定量法

45 (1) 有効ヨウ素 本品約0.5gを精密に量り、水30mLに溶  
46 かし、0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する  
47 (指示薬：デンプン試液2mL)。

48 0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=2.538mg I

49 (2) 窒素 本品約20mgを精密に量り、窒素定量法(1.08)  
50 により試験を行う。

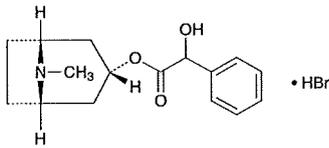
51 貯法 容器 気密容器。

1 ホマトロピン臭化水素酸塩

1 ホマトロピン臭化水素酸塩

2 Homatropine Hydrobromide

3 臭化水素酸ホマトロピン



4

5 C<sub>16</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> · HBr : 356.25

6 (1*R*,3*r*,5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl[(2*RS*)-

7 2-hydroxy-2-phenyl]acetate monohydrobromide

8 [51-56-9]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ホマトロピ  
10 ン臭化水素酸塩(C<sub>16</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> · HBr)99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。  
12 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、  
13 酢酸(100)に溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、ジ  
14 エチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は光によって変化する。

16 融点：約214°C(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→20)5mLにヨウ素試液2～3滴を加え  
19 るとき、褐色の沈殿を生じる。

20 (2) 本品0.05gを水5mLに溶かし、2,4,6-トリニトロフェ  
21 ノール試液3mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿  
22 をろ取し、水10mLずつで5回洗い、105°Cで2時間乾燥す  
23 るとき、その融点(2.60)は184～187°Cである。

24 (3) 本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応(1.09)を呈  
25 する。

26 純度試験

27 (1) 酸 本品1.0gを水20mLに溶かし、0.01mol/L水酸化  
28 ナトリウム液0.40mL及びメチルレッド・メチレンブルー試  
29 液1滴を加えるとき、液は緑色である。

30 (2) アトロピン、ヒヨスチアミン又はスコポラミン 本品  
31 10mgに硝酸5滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留  
32 物を*N,N*-ジメチルホルムアミド1mLに溶かし、テトラエ  
33 チルアンモニウムヒドロキシド試液5～6滴を加えるとき、  
34 液は赤紫色を呈しない。

35 (3) 類縁物質 本品0.15gを水3mLに溶かし、試料溶液と  
36 する。

37 (i) 試料溶液1mLにタンニン酸試液2～3滴を加えるとき、  
38 沈殿を生じない。

39 (ii) 試料溶液1mLに希塩酸及びヘキサクロロ白金(IV)酸試  
40 液それぞれ2～3滴を加えるとき、沈殿を生じない。

41 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(0.5g, 105°C, 2時間)。

42 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.2g)。

43 定量法 本品約0.4gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液  
44 (7:3)60mLを加え、加温して溶かす。冷後、0.1mol/L過塩  
45 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
46 を行い、補正する。

47 0.1mol/L過塩素酸1mL=35.63mg C<sub>16</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> · HBr

48 貯法

49 保存条件 遮光して保存する。

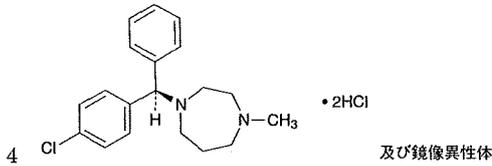
50 容器 気密容器。

1 ホモクロルシクリジン塩酸塩

1 ホモクロルシクリジン塩酸塩

2 Homochlorcyclizine Hydrochloride

3 塩酸ホモクロルシクリジン



5 C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>ClN<sub>2</sub> · 2HCl : 387.77

6 1-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]-

7 4-methylhexahydro-1*H*-1,4-diazepine dihydrochloride

8 [1982-36-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ホモクロルシクリジン塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>ClN<sub>2</sub> · 2HCl)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色～微褐色の結晶又は粉末である。

12 本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)に溶けやすく、  
13 エタノール(99.5)に溶けにくく、アセトニトリル又は無水酢  
14 酸に極めて溶けにくい。

15 本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける。

16 本品は吸湿性である。

17 本品は光によってわずかに着色する。

18 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

19 融点：約227°C(分解)。

20 確認試験

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

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

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

32 純度試験

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

36 (2) 類縁物質 本品0.10gを移動相100mLに溶かし、試料  
37 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
38 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
39 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
40 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
41 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のホモクロ  
42 ルシクリジン以外のピーク面積は、いずれも標準溶液のホモ  
43 クロルシクリジンのピーク面積の1/2より大きくない。また、  
44 試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピークの合計面  
45 積は、標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積より大  
46 きくない。

47 試験条件

48 検出器：紫外吸光度計(測定波長：223nm)

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

52 カラム温度：40°C付近の一定温度

53 移動相：水/アセトニトリル/過塩素酸混液(134：  
54 66：1)

55 流量：ホモクロルシクリジンの保持時間が約10分にな  
56 るように調整する。

57 面積測定範囲：ホモクロルシクリジンの保持時間の約2  
58 倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
61 えて正確に50mLとする。この液10μLから得たホモ  
62 クロルシクリジンのピーク面積が、標準溶液のホモク  
63 ロルシクリジンのピーク面積の7～13%になることを  
64 確認する。

65 システムの性能：本品5mg及びパラオキシ安息香酸メチ  
66 ル5mgを移動相100mLに溶かす。この液10μLにつき、  
67 上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチ  
68 ル、ホモクロルシクリジンの順に溶出し、その分離度  
69 は5以上である。

70 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、ホモクロルシクリジンの  
72 ピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

73 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(1g, 110°C, 4時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

75 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、無水酢酸/  
76 酢酸(100)混液(7：3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
77 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
78 補正する。

79 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.39mg C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>ClN<sub>2</sub> · 2HCl

80 貯法

81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 気密容器。

## 1 経口生ポリオワクチン

### 1 経口生ポリオワクチン

#### 2 Live Oral Poliomyelitis Vaccine

- 3 本品はⅠ型、Ⅱ型及びⅢ型弱毒生ポリオウイルスを含む。
- 4 本品は必要ならば、単価又は2価の製剤とすることができる。
- 5 5 する。
- 6 本品は生物学的製剤基準の経口生ポリオワクチンの条に適合する。
- 7 7 合する。
- 8 性状 本品は淡黄赤色～淡赤色澄明の液である。凍結してある
- 9 ときは、淡白黄色～淡白赤色である。

## 1 ポリスチレンスルホン酸カルシウム

## 2 Calcium Polystyrene Sulfonate

3 本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホ  
4 ン酸基を結合させ、カルシウム型とした陽イオン交換樹脂で  
5 ある。

6 本品を乾燥したものは定量するとき7.0~9.0%のカルシウ  
7 ム(Ca : 40.08)を含む。

8 本品の乾燥物1gは53~71mgのカリウム(K : 39.10)と交換  
9 する。

10 性状 本品は微黄白色~淡黄色の粉末で、におい及び味はない。

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

## 13 確認試験

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

18 (2) 本品0.5gに希塩酸10mLを加え、かき混ぜた後、ろ過  
19 し、ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウ  
20 ム塩の定性反応(1.09)を呈する。

## 21 純度試験

22 (1) アンモニウム 本品1.0gをフラスコにとり、水酸化ナ  
23 トリウム試液5mLを加えて下面に潤した赤色リトマス紙を  
24 つけた時計皿で覆い、15分間加熱するとき、発生するガス  
25 は赤色リトマス紙を青変しない(5ppm以下)。

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

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

31 (4) スチレン 本品10.0gをとり、アセトン10mLを加え  
32 て30分間振り混ぜた後、遠心分離した上澄液を試料溶液と  
33 する。別にスチレン10mgにアセトンを加えて正確に100mL  
34 とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加えて正確  
35 に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
36 5 $\mu$ Lずつを正確に量り、次の条件でガスクロマトグラフィー  
37 (2.02)により試験を行い、それぞれの液のスチレンのピー  
38 ク高さ $H_1$ 及び $H_2$ を測定するとき、 $H_1$ は $H_2$ より大きくない。

## 39 試験条件

40 検出器：水素炎イオン化検出器

41 カラム：内径3mm、長さ2mのステンレス管にガスクロ  
42 マトグラフィー用ポリエチレングリコール20Mを150  
43 ~180 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に  
44 15%の割合で被覆したものを充てんする。

45 カラム温度：90 $^{\circ}$ C付近の一定温度

46 キャリヤーガス：窒素

47 流量：スチレンの保持時間が約9分になるように調整す  
48 る。

## 49 システム適合性

50 システムの性能：スチレン10mgをアセトン1000mLに  
51 混和する。この液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作する  
52 とき、スチレンのピークの理論段数及びシンメトリー

53 係数は、それぞれ800段以上、0.8~1.2である。

54 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
55 試験を6回繰り返すとき、スチレンのピーク高さの相  
56 対標準偏差は5%以下である。

57 (5) ナトリウム 定量法(1)で得た液50mLより、2mLを  
58 正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に500mLとし、  
59 試料溶液とする。別に塩化ナトリウムを130 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥  
60 し、この0.2542gを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液に溶か  
61 し、正確に1000mLとする。この液の適量を正確に量り、  
62 0.02mol/L塩酸試液を加えて1mL中にナトリウム(Na :  
63 22.99)1~3 $\mu$ gを含むように正確に薄め、標準溶液とする。  
64 試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法  
65 (2.23)により試験を行い、標準溶液より得た検量線より試  
66 料溶液中のナトリウム量を求める(1%以下)。

67 使用ガス：

68 可燃性ガス アセチレン

69 支燃性ガス 空気

70 ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

71 波長：589.0nm

72 乾燥減量(2.41) 10.0%以下(1g, 減圧, 80 $^{\circ}$ C, 5時間)。

## 73 微粒子

74 (i) 装置 図に示すものを用いる。

75 (ii) 操作法 本品を乾燥し、その約5.5gを精密に量り、  
76 25 $^{\circ}$ Cの水300mLを加え、5分間かき混ぜる。これを25 $^{\circ}$ Cに  
77 保った沈降管Jに移し、沈降管Jの20cm標線Fの2mm下まで  
78 25 $^{\circ}$ Cの水を加えた後、ピペットを挿入する。三方コックCを  
79 開いて空気を排出し、水を通気口Dより20cm標線Fまで正確  
80 に加えて、三方コックCを閉じる。装置を横方向及び縦方向  
81 に十分に振りながら、内容物を分散させた後、三方コックC  
82 を開いて、25 $\pm$ 1 $^{\circ}$ Cで、5時間15分間静置する。

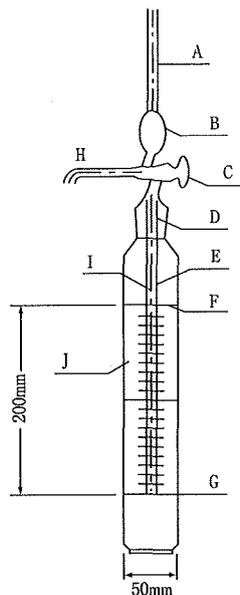
83 次に沈降管J中の懸濁液を正確にピペット球目盛線Aまで  
84 吸い上げ、ピペット排出管Hの方向に三方コックCを開いて  
85 とる。更に同じ操作を繰り返す、合わせて20mLの懸濁液を  
86 正確にとる。この液を水浴上で蒸発乾固し、105 $^{\circ}$ Cで恒量に  
87 なるまで乾燥し、その質量 $M_5$ (g)を求める。また、使用した  
88 水20mLを正確に量り、同様に操作し、質量 $M_0$ (g)を求める。  
89  $M_5$ 、 $M_0$ の差 $m$ (g)を求め、次の式によって微粒子の量( $S$ )を  
90 求めるとき、0.1%以下である。

$$91 S(\%) = \{(m_i \times V) / (20 \times M_0)\} \times 100$$

92  $M_1$ ：本品の秤取量(g)

93  $V$ ：ピペット毛細管挿入時の20cm標線までの内容積(mL)

2 ポリスチレンスルホン酸カルシウム



- 94  
 95 ピペット毛細管挿入時の20cm標線までの内容量：550mL  
 96 1回の吸引量：10mL  
 97 A：ピペット球目盛線  
 98 B：吸上げ用ピペット球  
 99 C：三方コック  
 100 D：通気口  
 101 E：ピペット吸上げ管  
 102 F：20cm標線  
 103 G：0cm基線  
 104 H：ピペット排出管  
 105 I：ピペット毛細管  
 106 J：沈降管

107 図 アンドレアゼンピペット

108 定量法

109 (1) カルシウム 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、  
 110 3mol/L塩酸試液5mLを加えて分散させ、これを下に50mLの  
 111 メスフラスコを受器をおき、底にガラスウールを入れた内径  
 112 12mm、高さ70mmのクロマトグラフィー管に3mol/L塩酸試  
 113 液少量を用いて完全に洗いこむ。更に3mol/L塩酸試液を用  
 114 いて液量が約45mLとなるまで溶出する。次に水を加えて正  
 115 確に50mLとする。この液20mLを正確に量り、アンモニア  
 116 試液を加えて、正確にpH10に調整した後、直ちに  
 117 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で  
 118 滴定(2.50)する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナ  
 119 トリウム指示薬0.04g)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色  
 120 が消え、青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行  
 121 い、補正する。

122 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
 123 1mL  
 124 =2.004mg Ca

125 (2) カリウム交換容量 本品を乾燥し、その約1.0gを精密  
 126 に共栓ガラス容器に量り、カリウム標準原液50mLを正確に  
 127 加えて、120分間かき混ぜた後、ろ過する。初めのろ液  
 128 20mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸  
 129 試液を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
 130 り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に1000mLとし、試料  
 131 溶液とする。別にカリウム標準原液適量を正確に量り、

132 0.02mol/L塩酸試液を加えて1mL中にカリウム(K：  
 133 39.10)0.5~2.5μgを含むように正確に薄め、標準溶液とする。  
 134 試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で、原子吸光度法  
 135 (2.23)により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用い  
 136 て、試料溶液1000mL中のカリウム含量Y(mg)を求める。次  
 137 の式によって本品の乾燥物1gのカリウム交換量を計算する  
 138 とき、53~71mgである。

139 本品の乾燥物1g当たりのカリウム(K)交換量(mg)  
 140 
$$=(X-100Y)/M$$

141 X：交換前のカリウム標準原液50mL中のカリウム量(mg)  
 142 M：本品の乾燥物の秤取量(g)

143 使用ガス：  
 144 可燃性ガス アセチレン  
 145 支燃性ガス 空気  
 146 ランプ：カリウム中空陰極ランプ  
 147 波長：766.5nm  
 148 貯法 容器 気密容器。

## 1 ポリスチレンスルホン酸ナトリウム

## 2 Sodium Polystyrene Sulfonate

3 本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホ  
4 ン酸基を結合させ、ナトリウム型とした陽イオン交換樹脂で  
5 ある。

6 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ナトリウム  
7 (Na : 22.99)9.4~11.0%を含む。

8 本品の換算した脱水物1gは0.110~0.135gのカリウム(K :  
9 39.10)と交換する。

10 性状 本品は黄褐色の粉末で、におい及び味はない。

11 本品は水、エタノール(95)、アセトン又はジエチルエーテ  
12 ルにほとんど溶けない。

## 13 確認試験

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

18 (2) 本品1gに希塩酸10mLを加え、かき混ぜた後、ろ過し、  
19 ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はナトリウム塩  
20 の定性反応(1.09)を呈する。

## 21 純度試験

22 (1) アンモニウム 本品1.0gをフラスコにとり、水酸化ナ  
23 トリウム試液5mLを加えて下面に潤した赤色リトマス紙を  
24 付けた時計皿で覆い、15分間加熱するとき、発生するガス  
25 は赤色リトマス紙を青変しない。

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

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

31 (4) スチレン 本品10.0gをとり、アセトン10mLを加え  
32 て30分間振り混ぜた後、遠心分離した上澄液を試料溶液と  
33 する。別にスチレン10mgをとり、アセトンに溶かして正確  
34 に100mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加  
35 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
36 準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
37 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液のスチレ  
38 ンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定するとき、 $A_T$ は $A_S$ より大き  
39 くない。

## 試験条件

41 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

42 カラム：内径4mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
43 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
44 カゲルを充填する。

45 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

46 移動相：水/アセトニトリル混液(1 : 1)

47 流量：スチレンの保持時間が約8分になるように調整す  
48 る。

## システム適合性

50 システムの性能：スチレン及びパラオキシ安息香酸ブチ  
51 ル0.02gずつをアセトン100mLに溶かす。この液5mL  
52 をとり、アセトンを加えて100mLとする。この液

53 20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、パラオキ  
54 シ安息香酸ブチル、スチレンの順に溶出し、その分離  
55 度は5以上である。

56 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
57 で試験を6回繰り返すとき、スチレンのピーク面積の  
58 相対標準偏差は2.0%以下である。

59 水分(2.48) 10.0%以下(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

## 60 定量法

61 (1) ナトリウム 本品の換算した脱水物約1gを精密に共  
62 栓ガラス容器に量り、3mol/L塩酸試液50mLを正確に加えて、  
63 60分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、  
64 次のろ液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとす  
65 る。この液20mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mL  
66 とし、試料溶液とする。別にナトリウム標準原液適量を正確  
67 に量り、水を加えて1mL中にナトリウム(Na : 22.99)1~3 $\mu$ g  
68 を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標  
69 準溶液につき、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験  
70 を行い、標準溶液から得た検量線を用いて、試料溶液中の  
71 ナトリウム含量を求める。

72 使用ガス：

73 可燃性ガス アセチレン

74 支燃性ガス 空気

75 ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

76 波長：589.0nm

77 (2) カリウム交換容量 本品の換算した脱水物約1.5gを精  
78 密に共栓ガラス容器に量り、カリウム標準原液100mLを正  
79 確に加え、15分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液  
80 20mLを除き、次のろ液10mLを正確に量り、水を加えて正  
81 確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて  
82 正確に1000mLとし、試料溶液とする。別にカリウム標準原  
83 液適量を正確に量り、水を加えて1mL中にカリウム(K :  
84 39.10)1~5 $\mu$ gを含むように正確に薄め、標準溶液とする。  
85 試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法  
86 (2.23)により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用い  
87 て試料溶液1000mL中のカリウム含量 $Y$ (mg)を求める。次の  
88 式によって本品の換算した脱水物1g当たりのカリウム交換  
89 量を計算するとき、0.110~0.135gである。

90 本品の換算した脱水物1g当たりのカリウム(K)交換量(mg)

$$91 = (X - 100Y) / M$$

92  $X$ ：交換前のカリウム標準原液100mL中のカリウム量  
93 (mg)

94  $M$ ：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

95 使用ガス：

96 可燃性ガス アセチレン

97 支燃性ガス 空気

98 ランプ：カリウム中空陰極ランプ

99 波長：766.5nm

100 貯法 容器 気密容器。

1 ポリソルベート80

2 Polysorbate 80

3 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  
4 ステル化したもののポリオキシエチレンエーテルである。

5 性状 本品は無色～だいたい黄色の粘稠性のある液で、わずか  
6 に特異なおいがあり、味はやや苦く、温感がある。

7 本品はメタノール、エタノール(95)、温エタノール(95)、  
8 ピリジン又はクロロホルムと混和する。

9 本品は水に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

10 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～7.5である。

11 確認試験

12 (1) 本品の水溶液(1→20)5mLに水酸化ナトリウム試液  
13 5mLを加え、5分間煮沸し、冷後、希塩酸を加えて酸性にす  
14 るとき、液は白濁する。

15 (2) 本品の水溶液(1→20)5mLに臭素試液2～3滴を加える  
16 とき、試液の色は消える。

17 (3) 本品6mLに水4mLを常温又はそれ以下の温度で混ぜ  
18 合わせるとき、ゼリー様の塊となる。

19 (4) 本品の水溶液(1→20)10mLにチオシアン酸アンモニ  
20 ウム・硝酸コバルト(II)試液5mLを加えてよく振り混ぜ、更  
21 にクロロホルム5mLを加え、振り混ぜて静置するとき、ク  
22 ロホルム層は青色を呈する。

23 粘度 (2.53) 345～445mm<sup>2</sup>/s(第1法, 25℃)。

24 比重 (1.13)  $d_{20}^{20}$ : 1.065～1.095

25 酸価 (1.13) 2.0以下。

26 けん化価 (1.13) 45～55

27 ヨウ素価 (1.13) 19～24 ただし、シクロヘキサンの代わり  
28 にクロロホルムを用い、指示薬を用いないで滴定 (2.50) し、  
29 その終点はヨウ素の黄色が消えるときとする。

30 純度試験

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

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

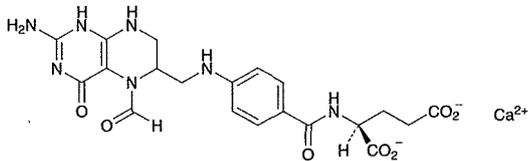
36 水分 (2.48) 3.0%以下(1g, 容量滴定法, 逆滴定)。

37 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(2g)。

38 貯法 容器 気密容器。

1 ホリナートカルシウム

- 2 Calcium Folate
- 3 ホリン酸カルシウム
- 4 ロイコポリンカルシウム



- 5
- 6  $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$  : 511.50
- 7 Monocalcium N-{4-[(2-amino-5-formyl-4-
- 8 oxo-1,4,5,6,7,8-hexahydropteridin-6-
- 9 yl)methylamino]benzoyl}-L-glutamate
- 10 [1492-18-8]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ホリナート  
12 カルシウム( $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$ )95.0~102.0%を含む。

13 性状 本品は白色~淡黄色の結晶性の粉末である。  
14 本品は水にやや溶けにくく、メタノール又はエタノール  
15 (99.5)にほとんど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
18 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
19 トルと本品の参照スペクトル又はホリナートカルシウム標準  
20 品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
21 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  
22 収を認める。

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

27 (3) 本品の水溶液(1→100)はカルシウム塩の定性反応  
28 (1.09) の(2)及び(3)を呈する。

29 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +14~+19°(脱水物に換算したもの  
30 0.1g, 水, 10mL, 100mm)。

31 pH (2.54) 本品1.25gに新たに煮沸して冷却した水50mLを  
32 加え、必要ならば40℃に加温して溶かした液のpHは6.8~  
33 8.0である。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品1.25gに新たに煮沸して冷却した水50mL  
36 を加え、必要ならば40℃に加温して溶かした液は澄明であ  
37 る。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試  
38 験を行うとき、波長420nmにおける吸光度は0.25以下であ  
39 る。

40 (2) 重金属 (1.07) 本品0.40gをとり、第2法により操作  
41 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える  
42 (50ppm以下)。

43 (3) 類縁物質 本品10mgを水25mLに溶かし、試料溶液  
44 とする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に  
45 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
46 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
47 (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面

48 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のホリナート  
49 以外のピークの面積は、標準溶液のホリナートのピーク面積  
50 より大きくない。また、試料溶液のホリナート以外のピーク  
51 の合計面積は、標準溶液のホリナートのピーク面積の5倍よ  
52 り大きくない。

53 試験条件

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

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からホリナートの保持  
57 時間の約2.5倍の範囲

58 システム適合性

59 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。  
60 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水を加えて  
61 正確に50mLとする。この液20μLから得たホリナート  
62 のピーク面積が、標準溶液のホリナートのピーク面  
63 積の7~13%になることを確認する。  
64 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、ホリナートのピーク面積  
66 の相対標準偏差は2.0%以下である。

67 水分 (2.48) 7.0~17.0%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

68 定量法 本品及びホリナートカルシウム標準品(別途本品と同  
69 様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約10mgずつを精密  
70 に量り、それぞれを水に溶かし、正確に25mLとする。この  
71 液5mLずつを正確に量り、移動相を加えて正確に25mLとし、  
72 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
73 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
74 (2.01) により試験を行い、それぞれの液のホリナートのピ  
75 ーク面積 $A_1$ 及び $A_5$ を求める。

76 ホリナートカルシウム( $C_{20}H_{21}CaN_7O_7$ )の量(mg)  
77  $= M_S \times A_1 / A_5$

78  $M_S$  : 脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品の秤  
79 取量(mg)

80 試験条件

81 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)  
82 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
83 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
84 リカゲルを充てんする。

85 カラム温度：45℃付近の一定温度

86 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液(287  
87 →100000)/メタノール/テトラブチルアンモニウム  
88 ヒドロキシド試液混液(385 : 110 : 4)にリン酸を加え  
89 てpH7.5に調整する。

90 流量：ホリナートの保持時間が約10分になるように調  
91 整する。

92 システム適合性

93 システムの性能：本品及び葉酸10mgずつを移動相  
94 100mLに溶かす。この液20μLにつき、上記の条件で  
95 操作するとき、ホリナート、葉酸の順に溶出し、その  
96 分離度は10以上である。

97 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
98 で試験を6回繰り返すとき、ホリナートのピーク面積  
99 の相対標準偏差は1.0%以下である。

## 2 ホリナートカルシウム

100 貯法

101 保存条件 遮光して保存する.

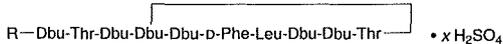
102 容器 気密容器.

1 ポリミキシンB硫酸塩

1 ポリミキシンB硫酸塩

2 Polymixin B Sulfate

3 硫酸ポリミキシンB



ポリミキシンB<sub>1</sub>: R=6-メチルオクタン酸  
Dbu=L-α,γ-ジアミノ酪酸

ポリミキシンB<sub>2</sub>: R=6-メチルヘプタン酸  
Dbu=L-α,γ-ジアミノ酪酸

4

5 本品は, *Bacillus polymyxa*の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である。

6 本品は定量するとき, 換算した乾燥物1mg当たり6500単位以上を含む。ただし, 本品の力価は, ポリミキシンB(C<sub>55</sub>~<sub>56</sub>H<sub>96</sub>~<sub>98</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub>)としての量を単位で示し, その1単位はポリミキシンB硫酸塩(C<sub>55</sub>~<sub>56</sub>H<sub>96</sub>~<sub>98</sub>N<sub>16</sub>O<sub>13</sub> · 1~2H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)0.129 μgに対応する。

7 性状 本品は白色~黄褐色の粉末である。

8 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。

9 確認試験

10 (1) 本品の水溶液(1→10)5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え, 振り混ぜながら硫酸銅(II)五水和物溶液(1→100)5滴を加えるとき, 液は紫色を呈する。

11 (2) 本品及びポリミキシンB硫酸塩標準品5mgずつをそれぞれ共栓試験管にとり, 薄めた塩酸(1→2)1mLに溶かし, 栓をして135℃で5時間加熱した後, 水浴上で蒸発乾固し, 塩酸臭がなくなるまで加熱を続ける。残留物を水0.5mLに溶かし, 試料溶液及び標準溶液(1)とする。別にL-ロイシン, L-トレオニン, フェニルアラニン及びL-セリン20mgずつをそれぞれ水10mLに溶かし, 標準溶液(2), 標準溶液(3), 標準溶液(4)及び標準溶液(5)とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液, 標準溶液(1), 標準溶液(2), 標準溶液(3), 標準溶液(4)及び標準溶液(5)3μL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。この薄層板を飽和した展開溶媒の蒸気に15時間さらした後, フェノール/水混液(3:1)を展開溶媒として, 遮光して約13cm展開する。展開後, 薄層板を110℃で5分間乾燥し, これにニンヒドリン・酢酸試液を均等に噴霧し, 110℃で5分間加熱するとき, 試料溶液から得た各々のスポットのR<sub>f</sub>値は, 標準溶液(1)から得た各々のスポットのR<sub>f</sub>値と等しい。また, 試料溶液から得たスポットは, それぞれ標準溶液(2), 標準溶液(3)及び標準溶液(4)から得たスポットに対応する位置に認められ, 標準溶液(5)から得たスポットに対応する位置には認められない。

12 (3) 本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

13 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>: -78~-90°(乾燥物に換算したものの0.5g, 水, 25mL, 100mm)。

14 pH(2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0~7.0である。

15 フェニルアラニン 本品約0.375gを精密に量り, 0.1mol/L塩

16 酸に溶かし, 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)により試験を行い, 波長252nm, 258nm, 264nm, 280nm及び300nmにおける吸光度A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>4</sub>及びA<sub>5</sub>を測定する。次式によりフェニルアラニンの量を求めるとき, 9.0~12.0%である。

17 フェニルアラニンの量(%)  
18 = (A<sub>2</sub> - 0.5A<sub>1</sub> + 0.5A<sub>3</sub> - 1.8A<sub>4</sub> + 0.8A<sub>5</sub>) / M<sub>F</sub> × 9.4787

19 M<sub>F</sub>: 乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

20 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)。

21 乾燥減量(2.41) 6.0%以下(1g, 減圧, 60℃, 3時間)。

22 強熱残分(2.44) 0.75%以下(1g)。

23 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。

- 24 (i) 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる。
- 25 (ii) 種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地 ペプトン10.0g, 肉エキス3.0g, 塩化ナトリウム30.0g, カンテン20.0g及び水1000mLを混和し, 滅菌する。ただし, 滅菌後のpH(2.54)は6.5~6.6とする。

26 (iii) 標準溶液 ポリミキシンB硫酸塩標準品約200000単位に対応する量を精密に量り, pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mL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4000単位及び1000単位を含む液を調製し, 高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

27 (iv) 試料溶液 本品約200000単位に対応する量を精密に量り, pH6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mL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4000単位及び1000単位を含む液を調製し, 高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

28 貯法

29 保存条件 遮光して保存する。

30 容器 気密容器。

## 1 ホルマリン

### 1 ホルマリン

#### 2 Formalin

3 本品は定量するとき、ホルムアルデヒド( $\text{CH}_2\text{O}$  :  
4 30.03)35.0~38.0%を含む。

5 本品は重合を避けるためメタノール5~13%を加えてある。

6 性状 本品は無色澄明の液で、そのガスは粘膜を刺激する。

7 本品は水又はエタノール(95)と混和する。

8 本品は長く保存するとき、特に寒冷時に混濁することがあ  
9 る。

#### 10 確認試験

11 (1) 本品2mLに水10mL及び硝酸銀・アンモニア試液1mL  
12 を加えるとき、灰色の沈殿を生じるか、又は管壁に銀鏡を生  
13 じる。

14 (2) 本品2滴をサリチル酸0.1gに硫酸5mLを加えて溶かし  
15 た液に加え、加温するとき、液は持続する暗赤色を呈する。

16 純度試験 酸 本品20mLに水20mLを加え、0.1mol/L水酸化  
17 ナトリウム液5.0mL及びプロモチモールブルー試液2滴を加  
18 えるとき、液の色は青色である。

19 強熱残分 (2.44) 0.06w/v%以下(5mL, 蒸発後)。

20 定量法 はかり瓶に水5mLを入れて質量を精密に量り、これ  
21 に本品約1gを加え、再び精密に量る。次に水を加えて正確  
22 に100mLとし、その10mLを正確に量り、正確に0.05mol/L  
23 ヨウ素液50mLを加え、更に水酸化カリウム試液20mLを加  
24 え、15分間常温で放置した後、希硫酸15mLを加え、過量の  
25 ヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する  
26 (指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

27 0.05mol/Lヨウ素液1mL=1.501mg  $\text{CH}_2\text{O}$

#### 28 貯法

29 保存条件 遮光して保存する。

30 容器 気密容器。

1 ホルマリン水

1 ホルマリン水

2 Formalin Water

3 本品は定量するとき、ホルムアルデヒド( $\text{CH}_2\text{O}$  :  
4  $30.03$ ) $0.9\sim 1.1\text{w/v}\%$ を含む。

5 製法

ホルマリン	30mL
常水, 精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

6 以上をとり, 混和して製する。

7 性状 本品は無色透明の液で, わずかにホルムアルデヒドのにおいがある。

9 本品はほとんど中性である。

10 定量法 本品20mLを正確に量り, 1mol/L水酸化カリウム液  
11 2.5mLを入れた100mLのメスフラスコに入れ, 水を加えて  
12 100mLとし, その10mLを正確に量り, 以下「ホルマリン」  
13 の定量法を準用する。

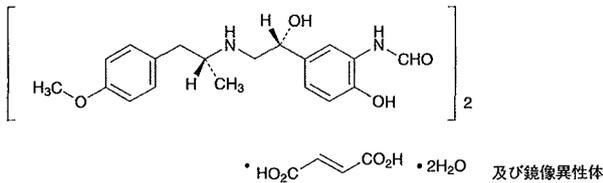
14  $0.05\text{mol/L}$ ヨウ素液 $1\text{mL}=1.501\text{mg CH}_2\text{O}$

15 貯法 容器 気密容器。

1 ホルモテロールフマル酸塩水和物

1 ホルモテロールフマル酸塩水和物

- 2 Formoterol Fumarate Hydrate  
 3 フマル酸フォルモテロール  
 4 フマル酸ホルモテロール  
 5 ホルモテロールフマル酸塩



7  $(\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} : 840.91$

- 8 *N*-(2-Hydroxy-5-((1*RS*)-1-hydroxy-  
 9 2-[(1*RS*)-2-(4-methoxyphenyl)-  
 10 1-methylethylamino]ethyl)phenyl)formamide  
 11 hemifumarate monohydrate  
 12 [43229-80-7, 無水物]

13 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ホルモテロ  
 14 ールフマル酸塩 $[(\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4 : 804.88]$ 98.5%以  
 15 上を含む。

16 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

17 本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けや  
 18 すく、水又はエタノール(95)に極めて溶けにくく、ジエチル  
 19 エーテルにほとんど溶けない。

20 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

21 融点：約138°C(分解)。

22 確認試験

23 (1) 本品0.5gを0.5mol/L硫酸試液20mLに溶かし、ジエチ  
 24 ルエーテル25mLずつで3回抽出する。全ジエチルエーテル  
 25 抽出液を合わせ、0.5mol/L硫酸試液10mLで洗った後、ジエ  
 26 チルエーテル層を減圧で留去し、105°Cで3時間乾燥すると  
 27 き、得られた残留物の融点(2.60)は約290°C(分解、封管中)  
 28 である。

29 (2) 本品のメタノール溶液(1→40000)につき、紫外可視  
 30 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
 31 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
 32 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
 33 る。

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

38 純度試験

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

42 (2) 類縁物質 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、  
 43 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
 44 加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
 45 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
 46 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

47 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  
 48 ロロホルム/1,4-ジオキサン/エタノール(99.5)/アンモ  
 49 ニア水(28)混液(20 : 20 : 10 : 3)を展開溶媒として約12cm展  
 50 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  
 51 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  
 52 は、標準溶液から得たスポットより濃くない。

53 水分(2.48) 4.0~5.0%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

54 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品約0.7gを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、  
 56 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
 57 方法で空試験を行い、補正する。

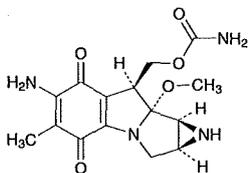
58 0.1mol/L過塩素酸1mL=40.24mg  $(\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

59 貯法 容器 気密容器。

## 1 マイトマイシンC

## 2 Mitomycin C

3

4 C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>: 334.33

5 (1aS,8S,8aR,8bS)-6-Amino-4,7-dioxo-8a-methoxy-

6 5-methyl-1,1a,2,8,8a,8b-

7 hexahydroazirino[2',3':3,4]pyrrolo[1,2-a]indol-

8 8-ylmethyl carbamate

9 [50-07-7]

10 本品は、*Streptomyces caespitosus*の培養によって得られ  
11 る抗腫瘍活性を有する化合物である。

12 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり970～  
13 1030μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、マイトマイ  
14 シンC(C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>)としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は青紫色の結晶又は結晶性の粉末である。

16 本品は*N,N*-ジメチルアセトアミドに溶けやすく、水又は  
17 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  
18 くい。

## 19 確認試験

20 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
21 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
22 トルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシンC標準品に  
23 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、  
24 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
25 認める。

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

31 純度試験 類縁物質 本操作は、試料溶液及び標準溶液調製後  
32 速やかに行う。本品50mgをメタノール10mLに溶かし、試  
33 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
34 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
35 準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
36 ラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々の  
37 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  
38 イトマイシンC以外の各々のピーク面積は標準溶液のマイト  
39 マイシンCのピーク面積より大きくない。また、試料溶液の  
40 マイトマイシンC以外のピークの合計面積は標準溶液のマイト  
41 マイシンCのピーク面積の3倍より大きくない。

## 42 試験条件

43 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

44 カラム：内径6mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの  
45 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
46 カゲルを充てんする。

47 カラム温度：30℃付近の一定温度

48 移動相A：0.5mol/L酢酸アンモニウム試液20mLに水を  
49 加えて1000mLとする。この液800mLにメタノール  
50 200mLを加える。

51 移動相B：0.5mol/L酢酸アンモニウム試液20mLに水を  
52 加えて1000mLとする。この液にメタノール1000mL  
53 を加える。

54 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
55 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
10～30	100→0	0→100
30～45	0	100

56 流量：毎分1.0mL

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からマイトマイシンC  
58 の保持時間の約2倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、メタノール  
61 を加えて正確に100mLとする。この液10μLから得た  
62 マイトマイシンCのピーク面積が標準溶液のマイトマイ  
63 シンCのピーク面積の7～13%になることを確認す  
64 る。

65 システムの性能：本品25mg及び3-エトキシ-4-ヒド  
66 ロキシベンズアルデヒド40mgをメタノール50mLに  
67 溶かす。この液10μLにつき、上記の条件で操作する  
68 とき、マイトマイシンC、3-エトキシ-4-ヒドロキシ  
69 ベンズアルデヒドの順に溶出し、その分離度は15  
70 以上である。

71 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
72 で試験を3回繰り返すとき、マイトマイシンCのピー  
73 ク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

74 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.1g、減圧・0.67kPa以下、60℃、  
75 3時間)。

76 定量法 本品及びマイトマイシンC標準品約25mg(力価)に対応  
77 する量を精密に量り、それぞれを*N,N*-ジメチルアセトアミ  
78 ドに溶かし、正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液とす  
79 る。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条  
80 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、そ  
81 れぞれの液のマイトマイシンCのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定  
82 する。

83 マイトマイシンC(C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>5</sub>)の量[μg(力価)]  
84 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub> × 1000

85 M<sub>S</sub>：マイトマイシンC標準品の秤取量[mg(力価)]

## 86 試験条件

87 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：365nm)

88 カラム：内径4mm、長さ30cmのステンレス管に10μm  
89 の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを  
90 充てんする。

91 カラム温度：25℃付近の一定温度

92 移動相：0.5mol/L酢酸アンモニウム試液40mLに薄めた  
93 酢酸(100)(1→20)5mLを加え、更に水を加えて

## 2 マイトマイシンC

- 94 1000mLとする。この液600mLにメタノール200mL  
95 を加える。  
96 流量：マイトマイシンCの保持時間が約7分になるよう  
97 に調整する。  
98 システム適合性  
99 システムの性能：マイトマイシンC標準品25mg及び3-  
100 エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド0.375gを  
101 *N,N*-ジメチルアセトアミド50mLに溶かす。この液  
102 10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、マイトマ  
103 イシンC、3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデ  
104 ヒドの順に溶出し、その分離度は3以上である。  
105 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
106 で試験を6回繰り返すとき、マイトマイシンCのピー  
107 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
108 貯法 容器 気密容器。

## 1 注射用マイトマイシンC

### 1 注射用マイトマイシンC

#### 2 Mitomycin C for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
5 対応するマイトマイシンC( $C_{15}H_{18}N_4O_5$ ; 334.33)を含む。

6 製法 本品は「マイトマイシンC」をとり、注射剤の製法によ  
7 り製する。

8 性状 本品は青紫色の粉末である。

9 確認試験 本品の表示量に従い「マイトマイシンC」2mg(力  
10 価)に対応する量を取り、水200mLに溶かす。この液につき、  
11 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
12 するとき、波長216～220nm及び362～366nmに吸収の極大  
13 を示す。

14 pH (2.54) 本品0.25gを水20mLに溶かした液のpHは5.5～  
15 8.5である。

16 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(0.4g, 減圧・0.67kPa以下, 酸化  
17 リン(V), 60°C, 3時間)。

18 エンドトキシン (4.01) 10EU/mg(力価)未満。

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

21 本品1個をとり、1mL中に「マイトマイシンC」約  
22 0.5mg(力価)を含むようにN,N-ジメチルアセトアミドV mL  
23 を正確に加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試  
24 料溶液とする。別にマイトマイシンC標準品約25mg(力価)に  
25 対応する量を精密に量り、N,N-ジメチルアセトアミドを加  
26 えて正確に50mLとし、標準溶液とする。以下「マイトマイ  
27 シンC」の定量法を準用する。

28 マイトマイシンC( $C_{15}H_{18}N_4O_5$ )の量[mg(力価)]

$$29 = M_S \times A_T / A_S \times V / 50$$

30  $M_S$ : マイトマイシンC標準品の秤取量[mg(力価)]

31 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

32 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

33 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、  
34 適合する。

35 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

36 「マイトマイシンC」約10mg(力価)に対応する量を精密に量  
37 り、N,N-ジメチルアセトアミド20mLを正確に加え、よく  
38 振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に  
39 マイトマイシンC標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に  
40 量り、N,N-ジメチルアセトアミドに溶かし正確に50mLと  
41 し、標準溶液とする。以下「マイトマイシンC」の定量法を  
42 準用する。

43 マイトマイシンC( $C_{15}H_{18}N_4O_5$ )の量[mg(力価)]

$$44 = M_S \times A_T / A_S \times 2 / 5$$

45  $M_S$ : マイトマイシンC標準品の秤取量[mg(力価)]

46 貯法 容器 密封容器。

# 1 マーキュロクロム

## 1 マーキュロクロム

2 Mercurochrome

3 メルプロミン

4 本品はフルオレセインを臭素化及び水銀化した色素混合物  
5 のナトリウム塩である。

6 本品を乾燥したものは定量するとき、臭素(Br :  
7 79.90)18.0~22.4%及び水銀(Hg : 200.59)22.4~26.7%を含  
8 む。

9 性状 本品は青緑色~帯緑赤褐色の小葉片又は粒で、においは  
10 ない。

11 本品は水に溶けやすいが、わずかに不溶分を残すことがあ  
12 り、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けな  
13 い。

### 14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→2000)は赤色を呈し、黄緑色の蛍光  
16 を発する。

17 (2) 本品の水溶液(1→250)5mLに希硫酸3滴を加えるとき、  
18 赤みのだいたい色の沈殿を生じる。

19 (3) 本品0.1gを試験管にとり、ヨウ素の薄片を加えて加熱  
20 するとき、管壁上部に赤色の結晶を生じる。黄色の結晶を生  
21 じるときは、これをガラス棒でこするとき、赤色に変わる。

22 (4) 本品0.1gを磁製のつぼにとり、水酸化ナトリウム溶液  
23 (1→6)1mLを加え、かき混ぜながら蒸発乾固した後、強熱す  
24 る。残留物を水5mLに溶かし、塩酸を加えて酸性とし、塩  
25 素試液3滴及びクロロホルム2mLを加えて振り混ぜるとき、  
26 クロロホルム層は黄褐色を呈する。

### 27 純度試験

28 (1) 色素 本品0.40gに水を加えて20mLとし、希硫酸  
29 3mLを加え、ろ過するとき、液の色は色の比較液Cより濃く  
30 ない。

31 (2) 可溶性ハロゲン化物 本品5.0gを水80mLに溶かし、  
32 希硝酸10mL及び水を加えて100mLとし、振り混ぜた後、ろ  
33 過する。ろ液40mLをネスラー管にとり、希硝酸6mL及び水  
34 を加えて50mLとし、硝酸銀試液1mLを加えてよく振り混ぜ、  
35 直射日光を避け、5分間放置するとき、混濁を生じないか、  
36 又は生じることがあっても次の比較液の呈する混濁より濃く  
37 ない。

38 比較液 : 0.01mol/L塩酸0.25mLに希硝酸6mL及び水を加  
39 えて50mLとし、硝酸銀試液1mLを加えて同様に操作す  
40 る。

41 (3) 可溶性水銀塩 (1)のろ液5mLに水5mLを加えて試料  
42 溶液とする。別に塩化水銀(II)40mgを正確に量り、水に溶  
43 かし1000mLとした液20mLに希硫酸3mLを加える。この液  
44 5mLに水5mLを加え、比較液とする。両液に硫化ナトリウ  
45 ム試液1滴を加え、比較するとき、試料溶液の色は比較液よ  
46 り濃くない。

47 (4) 不溶性水銀化合物 本品2.5gを水50mLに溶かし、24  
48 時間放置した後、遠心分離し、沈殿を洗液が無色となるまで  
49 少量の水で洗い、共栓フラスコに移し、正確に0.05mol/Lヨ  
50 ウ素液5mLを加え、しばしば振り混ぜて1時間放置した後、  
51 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液4.3mLを振り混ぜながら滴加  
52 し、更にデンプン試液1mLを加えるとき、液の色は青色で

53 ある。

54 乾燥減量 (2.4) 5.0%以下(1g, 105°C, 5時間)。

### 55 定量法

56 (1) 水銀 本品を粉末とした後、乾燥し、その約0.6gを精  
57 密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水50mLに溶かし、酢酸  
58 (31)8mL及びクロロホルム20mLを加え、更に正確に  
59 0.05mol/Lヨウ素液30mLを加えて密栓し、しばしば強く振  
60 り混ぜて1時間放置する。この液を再び激しく振り動かしな  
61 がら過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
62 (2.50)する(指示薬 : デンプン試液1mL)。同様の方法で空  
63 試験を行う。

64 0.05mol/Lヨウ素液1mL=10.03mg Hg

65 (2) 臭素 本品を粉末とした後、乾燥し、その約0.5gを精  
66 密に量り、ろつぼに入れ、硝酸カリウム2g、炭酸カリウム  
67 3g及び無水炭酸ナトリウム3gを加えてよく混和し、更にそ  
68 の表面を炭酸カリウム及び無水炭酸ナトリウムの等量混合物  
69 3gで覆い、ほとんど融解するまで加熱する。冷後、温湯  
70 80mLを加えて溶かし、硝酸を加えて酸性とし、0.1mol/L硝  
71 酸銀液25mLを正確に加え、よく振り混ぜ、過量の硝酸銀を  
72 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定 (2.50)する(指  
73 示薬 : 硫酸アンモニウム鉄(III)試液2mL)。同様の方法で空  
74 試験を行う。

75 0.1mol/L硝酸銀液1mL=7.990mg Br

### 76 貯法

77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 気密容器。

## 1 マーキュロクロム液

### 1 マーキュロクロム液

2 Mercurochrome Solution

3 メルブロミン液

4 本品は定量するとき、水銀(Hg: 200.59)0.42~0.56w/v%  
5 を含む。

6 製法

マーキュロクロム	20g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、振り混ぜて製する。

8 性状 本品は暗赤色の液である。

9 確認試験

10 (1) 本品1mLに水40mLを加えるとき、液は赤色を呈し、  
11 黄緑色の蛍光を発する。

12 (2) 本品1mLに水4mLを加え、希硫酸3滴を加えるとき、  
13 赤みのだいたい色の沈殿を生じる。

14 (3) 本品5mLを蒸発乾固し、残留物につき、「マーキュ  
15 ロクロム」の確認試験(3)を準用する。

16 (4) 本品5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→6)1mLを加え、  
17 以下「マーキュロクロム」の確認試験(4)を準用する。

18 純度試験 色素 本品20mLに希硫酸3mLを加え、生じた沈殿  
19 をろ過するとき、ろ液の色は色の比較液Cより濃くない。

20 定量法 本品30mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水20mL  
21 を加え、酢酸(31)8mL及びクロロホルム20mLを加え、以下  
22 「マーキュロクロム」の定量法(1)を準用する。

23 0.05mol/Lヨウ素液1mL=10.03mg Hg

24 貯法

25 保存条件 遮光して保存する。

26 容器 気密容器。

## 1 マクロゴール400

2 Macrogol 400

3 ポリエチレングリコール400

4 本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、  
5  $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 $n$ は7~9である。

6 性状 本品は無色澄明の粘稠性のある液で、においはないか、  
7 又はわずかに特異なおいがある。

8 本品は水、メタノール、エタノール(95)又はピリジンと混  
9 和する。

10 本品はジエチルエーテルにやや溶けやすい。

11 本品はやや吸湿性である。

12 凝固点：4~8℃

13 比重  $d_{20}^{20}$ ：1.110~1.140

14 確認試験 本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし、塩化バリウム試  
15 液1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリン  
16 モリブデン酸 $n$ 水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、黄緑  
17 色の沈殿を生じる。

18 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0~  
19 7.0である。

20 純度試験

21 (1) 酸 本品5.0gを中和エタノール20mLに溶かし、フェ  
22 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  
23 0.20mLを加えるとき、液の色は赤色である。

24 (2) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品  
25 4.0gを水に溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。別  
26 にエチレングリコール及びジエチレングリコール約50mgず  
27 つを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとし、標準溶  
28 液とする。試料溶液及び標準溶液2μLずつを正確にとり、次  
29 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。  
30 それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ $H_{\text{a}}$ 及び  
31  $H_{\text{Sa}}$ 並びにジエチレングリコールのピーク高さ $H_{\text{b}}$ 及び $H_{\text{Sb}}$ を  
32 測定し、エチレングリコール及びジエチレングリコールの量  
33 を求めるとき、エチレングリコールとジエチレングリコール  
34 の含量の和は0.25%以下である。

35 エチレングリコールの量(mg) =  $M_{\text{Sa}} \times H_{\text{a}} / H_{\text{Sa}} \times 1 / 10$

36 ジエチレングリコールの量(mg) =  $M_{\text{Sb}} \times H_{\text{b}} / H_{\text{Sb}} \times 1 / 10$

37  $M_{\text{Sa}}$ ：エチレングリコールの秤取量(mg)

38  $M_{\text{Sb}}$ ：ジエチレングリコールの秤取量(mg)

39 操作条件

40 検出器：水素炎イオン化検出器

41 カラム：内径約3mm、長さ約1.5mの管にガスクロマト  
42 グラフィー用D-ソルビトールを150~180μmのガス  
43 クロマトグラフィー用ケイソウ土に12%の割合で被  
44 覆したものを充てんする。

45 カラム温度：165℃付近の一定温度

46 キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

47 流量：ジエチレングリコールの保持時間が約8分になる  
48 ように調整する。

49 カラムの選定：標準溶液2μLにつき、上記の条件で操作  
50 するとき、エチレングリコール、ジエチレングリコー

51 ルの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離する  
52 ものをを用いる。

53 検出感度：標準溶液2μLから得たジエチレングリコールの  
54 ピーク高さがフルスケールの約80%になるように調  
55 整する。

56 平均分子量試験 無水フタル酸42gをとり、新たに蒸留したピ  
57 リジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に  
58 加え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。  
59 この液25mLを正確に量り、約200mLの耐圧共栓瓶に入れ、  
60 これに本品約1.5gを精密に量って加え、密栓し、丈夫な布で  
61 これを包み、あらかじめ98±2℃に加熱した水浴中に入れる。  
62 この際瓶の中の液が水浴の液の中に入るようにする。98±  
63 2℃で30分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になる  
64 まで空气中で放冷する。次に0.5mol/L水酸化ナトリウム液  
65 50mLを正確に加え、更にフェノールフタレインのピリジン  
66 溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、0.5mol/L水酸化ナ  
67 トリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が  
68 15秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で  
69 空試験を行う。

70 平均分子量 =  $(M \times 4000) / (a - b)$

71  $M$ ：本品の秤取量(g)

72  $a$ ：空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量  
73 (mL)

74  $b$ ：本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消  
75 費量(mL)

76 平均分子量は380~420である。

77 水分 (2.48) 1.0%以下(2g、容量滴定法、直接滴定)。

78 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

79 貯法 容器 気密容器。

## 1 マクロゴール1500

### 1 マクロゴール1500

2 Macrogol 1500

3 ポリエチレングリコール1500

4 本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、  
5  $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 $n$ が5~6及び28~36  
6 の等量混合物である。

7 性状 本品は白色の滑らかなワセリン様の固体で、においはな  
8 いか、又はわずかに特異なにおいがある。

9 本品は水、ピリジン又はジフェニルエーテルに極めて溶け  
10 やすく、メタノールに溶けやすく、エタノール(95)にやや溶  
11 けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、ジエチル  
12 エーテルにほとんど溶けない。

13 凝固点：37~41℃

14 確認試験 本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし、塩化バリウム試  
15 液1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリン  
16 モリブデン酸 $n$ 水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、黄緑  
17 色の沈殿を生じる。

18 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0~  
19 7.0である。

20 純度試験

21 (1) 溶状 本品5.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
22 明である。

23 (2) 酸 本品5.0gを中和エタノール20mLに溶かし、フェ  
24 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  
25 0.20mLを加えるとき、液の色は赤色である。

26 (3) エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品  
27 50.0gを250mLの蒸留フラスコにとり、ジフェニルエーテル  
28 75mLを加え、必要ならば加温して溶かし、0.13~0.27kPa  
29 の減圧でゆっくり蒸留し、1mL目盛付きの100mLの容器に  
30 留液25mLをとる。留液に水20mLを正確に加え、激しく振  
31 り混ぜた後、氷水中で冷却し、ジフェニルエーテルを凝固さ  
32 せ、25mLのメスフラスコ中にろ過する。残留物を氷冷した  
33 水5.0mLで洗い、洗液はろ液に合せ、加温して室温とした後、  
34 水を加えて25mLとする。この液を共栓フラスコに移し、新  
35 たらに蒸留したアセトニトリル25.0mLを加えて振り混ぜ、試  
36 料溶液とする。別にジエチレングリコール62.5mgをとり、  
37 新たに蒸留したアセトニトリルを用いて調製した水/アセト  
38 ニトリル混液(1:1)を加えて正確に25mLとし、標準溶液と  
39 する。試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確にとり、それ  
40 ぞれに硝酸二アンモニウムセリウム(IV)試液15mLを正確に  
41 加える。この液につき、2~5分の間に紫外可視吸光度測定  
42 法(2.24)により試験を行うとき、450nm付近の吸収極大の  
43 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  
44 得た液の吸光度より大きくない。

45 水分(2.48) 1.0%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

46 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

47 貯法 容器 気密容器。

1 マクロゴール4000

2 Macrogol 4000

3 ポリエチレングリコール4000

4 本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、

5  $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 $n$ は59~84である。

6 性状 本品は白色のパラフィン様の塊、薄片又は粉末で、にお

7 いはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

8 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

9 溶けやすく、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほと

10 んど溶けない。

11 凝固点：53~57℃

12 確認試験 本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし、塩化バリウム試

13 液1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリン

14 モリブデン酸 $n$ 水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、黄緑

15 色の沈殿を生じる。

16 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0~

17 7.5である。

18 純度試験

19 (1) 溶状 本品5.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄

20 明である。

21 (2) 酸 本品5.0gに中和エタノール20mLを加え、加温し

22 て溶かし、冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及び

23 フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液の色は赤色

24 である。

25 平均分子量試験 本品約12.5gを精密に量り、約200mLの耐圧

26 共栓瓶に入れ、ピリジン約25mLを加え、加温して溶かし、

27 放冷する。別に無水フタル酸42gをとり、新たに蒸留したピ

28 リジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に

29 加え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。

30 この液25mLを正確に量り、先の耐圧共栓瓶に加え、密栓し、

31 丈夫な布でこれを包み、あらかじめ98±2℃に加熱した水浴

32 中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るように

33 する。98±2℃で30分間保った後、水浴から瓶を取り出し、

34 室温になるまで空気中で放冷する。次に0.5mol/L水酸化ナ

35 トリウム液50mLを正確に加え、更にフェノールフタレイン

36 のピリジン溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、

37 0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。ただし、

38 滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとす

39 る。同様の方法で空試験を行う。

40 平均分子量= $(M \times 4000) / (a - b)$

41  $M$ : 本品の秤取量(g)

42  $a$ : 空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量

43 (mL)

44  $b$ : 本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消

45 費量(mL)

46 平均分子量は2600~3800である。

47 水分 (2.48) 1.0%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

48 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

49 貯法 容器 密閉容器。

1 マクロゴール6000

1 マクロゴール6000

2 Macrogol 6000

3 ポリエチレングリコール6000

4 本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、  
5  $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 $n$ は165~210である。

6 性状 本品は白色のパラフィン様の塊、薄片又は粉末で、にお  
7 いはないか、又はわずかに特異なおいがある。

8 本品は水に極めて溶けやすく、ピリジンに溶けやすく、メ  
9 タノール、エタノール(95)、エタノール(99.5)又はジエチル  
10 エーテルにほとんど溶けない。

11 凝固点：56~61°C

12 確認試験 本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし、塩化バリウム試  
13 液1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリン  
14 モリブデン酸 $n$ 水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、黄緑  
15 色の沈殿を生じる。

16 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5~  
17 7.5である。

18 純度試験

19 (1) 溶状 本品5.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
20 明である。

21 (2) 酸 本品5.0gに中和エタノール20mLを加え、加温し  
22 て溶かし、冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及び  
23 フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液の色は赤色  
24 である。

25 平均分子量試験 本品約12.5gを精密に量り、約200mLの耐圧  
26 共栓瓶に入れ、ピリジン約25mLを加え、加温して溶かし、  
27 放冷する。別に無水フタル酸42gをとり、新たに蒸留したピ  
28 リジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に  
29 加え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。  
30 この液25mLを正確に量り、先の耐圧共栓瓶に加え、密栓し、  
31 丈夫な布でこれを包み、あらかじめ98±2°Cに加熱した水浴  
32 中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るように  
33 する。98±2°Cで30分間保った後、水浴から瓶を取り出し、  
34 室温になるまで空気中で放冷する。次に0.5mol/L水酸化ナ  
35 トリウム液50mLを正確に加え、更にフェノールフタレイン  
36 のピリジン溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、  
37 0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。ただし、  
38 滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとす  
39 る。同様の方法で空試験を行う。

40 平均分子量 $= (M \times 4000) / (a - b)$

41  $M$ : 本品の秤取量(g)

42  $a$ : 空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量  
43 (mL)

44  $b$ : 本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消  
45 費量(mL)

46 平均分子量は7300~9300である。

47 水分 (2.48) 1.0%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

48 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

49 貯法 容器 密閉容器。

1 マクロゴール20000

1 マクロゴール20000

2 Macrogol 20000

3 ポリエチレングリコール20000

4 本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で、  
5  $\text{HOCH}_2(\text{CH}_2\text{OCH}_2)_n\text{CH}_2\text{OH}$ で表され、 $n$ は340~570である。  
6 性状 本品は白色のパラフィン様の薄片又は粉末で、においは  
7 ないか、又はわずかに特異なにおいがある。

8 本品は水又はピリジンに溶けやすく、メタノール、エタノール(95)、  
9 エーテル(99.5)、石油ベンジン又はマクロゴール400にほとんど溶けない。

10 凝固点：56~64℃

11 確認試験 本品0.05gに希塩酸5mLを加えて溶かし、塩化バリウム試液1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液  
12 にリンモリブデン酸 $n$ 水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、  
13 黄緑色の沈殿を生じる。

14 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5~  
15 7.5である。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品5.0gを水50mLに溶かすとき、液は無色澄  
18 明である。

19 (2) 酸 本品5.0gに中和エタノール20mLを加え、加温し  
20 て溶かし、冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及び  
21 フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液の色は赤色  
22 である。

23 平均分子量試験 本品約15gを精密に量り、約200mLの耐圧共  
24 栓瓶に入れ、ピリジン約25mLを加え、加温して溶かし、放  
25 冷する。別に無水フタル酸42gをとり、新たに蒸留したピリ  
26 ジン300mLを正確に量って入れた1Lの遮光した共栓瓶に加  
27 え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。こ  
28 の液25mLを正確に量り、先の耐圧共栓瓶に加え、密栓し、  
29 丈夫な布でこれを包み、あらかじめ98±2℃に加熱した水浴  
30 中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るように  
31 する。98±2℃で60分間保った後、水浴から瓶を取り出し、  
32 室温になるまで空気中で放冷する。次に0.5mol/L水酸化ナ  
33 トリウム液50mLを正確に加え、更にフェノールフタレイン  
34 のピリジン溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、  
35 0.5mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。ただし、  
36 滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとす  
37 る。同様の方法で空試験を行う。

38 平均分子量 $= (M \times 4000) / (a - b)$

39  $M$ : 本品の秤取量(g)

40  $a$ : 空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消費量  
41 (mL)

42  $b$ : 本品の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム液の消  
43 費量(mL)

44 平均分子量は15000~25000である。

45 水分 (2.48) 1.0%以下(2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

46 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

47 貯法 容器 密閉容器。

1 マクロゴール軟膏

1 マクロゴール軟膏

2 Macrogol Ointment

3 ポリエチレングリコール軟膏

4 製法

マクロゴール4000	500g
マクロゴール400	500g
全量	1000g

5 本品は「マクロゴール4000」及び「マクロゴール400」を  
6 とり、水浴上で65℃に加温して溶かした後、固まるまでよ  
7 くかき混ぜて製する。ただし、「マクロゴール4000」及び  
8 「マクロゴール400」のそれぞれ100g以内の量を互いに増減  
9 して全量1000gとし、適当な稠度の軟膏を製することができ  
10 る。

11 性状 本品は白色で、わずかに特異なにおいがある。

12 確認試験 本品0.05gを希塩酸5mLに溶かし、塩化バリウム試  
13 液1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリン  
14 モリブデン酸 $n$ 水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、黄緑  
15 色の沈殿を生じる。

16 貯法 容器 気密容器。

1 乾燥弱毒生麻疹ワクチン

1 乾燥弱毒生麻疹ワクチン

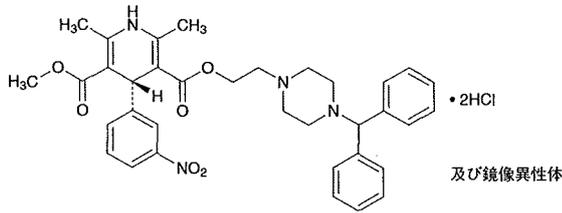
2 Freeze-dried Live Attenuated Measles Vaccine

- 3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。
- 4 本品は弱毒生麻疹ウイルスを含む。
- 5 本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生麻疹ワクチンの条
- 6 に適合する。
- 7 性状 本品は溶剤を加えるとき、無色、帯黄色又は帯赤色の澄
- 8 明な液となる。

1 マニジピン塩酸塩

2 Manidipine Hydrochloride

3 塩酸マニジピン



4

5  $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$  : 683.62

6 3-[2-[4-(Diphenylmethyl)piperazin-1-yl]ethyl]

7 5-methyl(4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-

8 1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate dihydrochloride

9 [126229-12-7]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、マニジピン塩酸塩  
11 ( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、メタノールに  
14 やや溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほと  
15 んど溶けない。

16 本品のジメチルスルホキシド溶液(1→100)は旋光性を示さ  
17 ない。

18 本品は光によりわずかに帯褐黄白色になる。

19 融点：約207℃(分解)。

20 確認試験

21 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
22 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
23 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマニジピン塩酸塩  
24 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  
25 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
26 の吸収を認める。

27 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
28 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
29 品の参照スペクトル又はマニジピン塩酸塩標準品のスペク  
30 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  
31 に同様の強度の吸収を認める。

32 (3) 本品0.1gに水10mLを加え、激しく振り混ぜ、ろ過す  
33 る。ろ液3mLにアンモニア試液1滴を加え、5分間放置した  
34 後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

35 純度試験

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

39 (2) ヒ素(1.11) 本品2.0gをとり、第4法により検液を調  
40 製し、試験を行う(1ppm以下)。

41 (3) 類縁物質 本品20mgを水/アセトニトリル混液(1:  
42 1)に溶かし、200mLとし、試料溶液とする。この液1mLを  
43 正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に  
44 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
45 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー

46 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
47 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマニジピン  
48 以外のピークの面積は、標準溶液のマニジピンのピーク面積  
49 の1/5より大きくない。また、試料溶液のマニジピン以外  
50 のピークの合計面積は、標準溶液のマニジピンのピーク面積  
51 の7/10より大きくない。

52 試験条件

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

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からマニジピンの保持  
56 時間の約3.5倍の範囲

57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、水/アセト  
59 ニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mLとする。

60 この液20μLから得たマニジピンのピーク面積が、標  
61 準溶液のマニジピンのピーク面積の8~12%になるこ  
62 とを確認する。

63 システムの性能：本品50mgを水/アセトニトリル混液  
64 (1:1)に溶かし、50mLとする。この液10mLに安息  
65 香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7→5000)5mLを加  
66 えた後、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて  
67 100mLとした液20μLにつき、上記の条件で操作する  
68 とき、マニジピン、安息香酸ブチルの順に溶出し、そ  
69 の分離度は5以上である。

70 システム再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
71 試験を6回繰り返すとき、マニジピンのピーク面積の  
72 相対標準偏差は2.0%以下である。

73 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

75 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、水/アセト  
76 ニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に50mLとする。この液  
77 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、水  
78 /アセトニトリル混液(1:1)を加えて100mLとし、試料溶  
79 液とする。別にマニジピン塩酸塩標準品を乾燥し、その約  
80 25mgを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)に溶か  
81 し、正確に50mLとする。この液20mLを正確に量り、内標  
82 準溶液5mLを正確に加えた後、水/アセトニトリル混液  
83 (1:1)を加えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
84 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  
85 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
86 するマニジピンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

87 マニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )の量(mg)

$$88 = M_S \times Q_T / Q_S \times 4$$

89  $M_S$  : マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

90 内標準溶液 安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7→  
91 5000)

92 試験条件

93 検出器：紫外吸光度計(測定波長：228nm)

94 カラム：内径4.0mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
95 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
96 リカゲルを充てんする。

97 カラム温度：25℃付近の一定温度

## 2 マニジピン塩酸塩

- 98 移動相：リン酸二水素カリウム13.6gを水に溶かし、  
99 1000mLとした液に、薄めた水酸化カリウム試液(1→  
100 10)を加えてpH4.6に調整する。この液490mLにアセ  
101 トニトリル510mLを加える。  
102 流量：マニジピンの保持時間が約10分になるように調  
103 整する。  
104 システム適合性  
105 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
106 操作するとき、マニジピン、内標準物質の順に溶出し、  
107 その分離度は5以上である。  
108 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
109 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
110 に対するマニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差  
111 は1.0%以下である。  
112 貯法  
113 保存条件 遮光して保存する。  
114 容器 気密容器。

## 1 マニジピン塩酸塩錠

2 Manidipine Hydrochloride Tablets

3 塩酸マニジピン錠

4 本品は定量するとき、表示量の92.0~108.0%に対応する  
5 マニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ : 683.62)を含む。

6 製法 本品は「マニジピン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「マニジピン塩酸  
9 塩」10mgに対応する量を取り、メタノール5mLを加えて激  
10 しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。  
11 別にマニジピン塩酸塩標準品10mgをメタノール5mLに溶か  
12 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ  
13 フィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
14 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入  
15 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  
16 ル/ジエチルアミン混液(200:1)を展開溶媒として約10cm  
17 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
18 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び  
19 標準溶液から得たスポットの $R_f$ 値は等しい。

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

22 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、マ  
23 ニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )1mg当たり内標準溶液  
24 1mLを正確に加え、更に1mL中にマニジピン塩酸塩  
25 ( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )約0.1mgを含む液となるように水/ア  
26 セトニトリル混液(1:1)を加え $V$ mLとして崩壊させ、10分  
27 間激しく振り混ぜた後、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフ  
28 ilterでろ過する。初めのろ液1mLを除き、次のろ液を試  
29 料溶液とする。以下定量法を準用する。

30 マニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )の量(mg)

$$31 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$$

32  $M_S$ : マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

33 内標準溶液 安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7 $\rightarrow$   
34 10000)

35 溶出性(6.10) 試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリ  
36 ウム緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で  
37 試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は75%以上である。

38 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、試  
39 験を開始し、規定された時間に溶出液20mL以上をとり、孔  
40 径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めの  
41 ろ液10mLを除き、次のろ液 $V$ mLを正確に量り、表示量に  
42 従い1mL中にマニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )約5.6 $\mu$ g  
43 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。  
44 この液2mLを正確に量り、メタノール2mLを正確に加え、  
45 試料溶液とする。別にマニジピン塩酸塩標準品を乾燥し、そ  
46 の約25mgを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)に  
47 溶かし、正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、試  
48 験液を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量  
49 り、メタノール2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料  
50 溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体  
51 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、マニジピン

52 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

53 マニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )の表示量に対する溶  
54 出率(%)

$$55 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

56  $M_S$ : マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

57  $C$ : 1錠中のマニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )の表示  
58 量(mg)

59 試験条件

60 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 228nm)

61 カラム: 内径4.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
62 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
63 リカゲルを充てんする。

64 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

65 移動相: アセトニトリル/リン酸二水素カリウム液  
66 (681 $\rightarrow$ 100000)混液(3:2)

67 流量: マニジピンの保持時間が約6分になるように調整  
68 する。

69 システム適合性

70 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
71 操作するとき、マニジピンのピークの理論段数及びシ  
72 ンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、1.5以下で  
73 ある。

74 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、マニジピンのピーク面積  
76 の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品20個以上  
78 をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。マニジピン塩  
79 酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )約10mgに対応する量を精密に量り、  
80 内標準溶液10mLを正確に加え、更に水/アセトニトリル混  
81 液(1:1)を加えて100mLとし、10分間激しく振り混ぜた後、  
82 孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初め  
83 のろ液1mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にマニ  
84 ジピン塩酸塩標準品を乾燥し、その約25mgを精密に量り、  
85 水/アセトニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に50mLとす  
86 る。この液20mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に  
87 に加え、更に水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて100mL  
88 とし、標準溶液とする。以下「マニジピン塩酸塩」の定量法  
89 を準用する。

90 マニジピン塩酸塩( $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ )の量(mg)

$$91 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 5$$

92  $M_S$ : マニジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

93 内標準溶液 安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(7 $\rightarrow$   
94 10000)

95 貯法

96 保存条件 遮光して保存する。

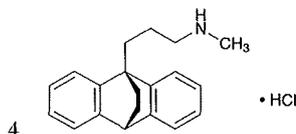
97 容器 気密容器。

# 1 マプロチリン塩酸塩

## 1 マプロチリン塩酸塩

2 Maprotiline Hydrochloride

3 塩酸マプロチリン



5  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$  : 313.86

6 3-(9,10-Dihydro-9,10-ethanoanthracen-9-yl)-

7 N-methylpropylamine monohydrochloride

8 [10347-81-6]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、マプロチリン塩酸塩  
10 ( $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

14 融点：約244℃(分解)。

### 15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→10000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
19 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
20 る。

21 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
22 塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
23 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
24 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これ  
25 らのスペクトルに差を認めるときは、本品をエタノール  
26 (99.5)から再結晶し、結晶をろ取し、乾燥したのものにつき、  
27 同様の試験を行う。

28 (3) 本品の水溶液(1→200)5mLにアンモニア試液2mLを  
29 加え、水浴上で5分間加熱し、冷後ろ過する。ろ液に希硝酸  
30 を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

### 31 純度試験

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

35 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試  
36 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
37 えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
38 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
39 料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
40 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
41 する。次に2-ブタノール/薄めたアンモニア水(28)(1→3)  
42 /酢酸エチル混液(14 : 5 : 4)を展開溶媒として約10cm展開  
43 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を  
44 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  
45 は2個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 3時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、酢酸

49 (100)180mLに溶かし、硝酸ピスマスの酢酸(100)溶液(1→  
50 50)8mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位  
51 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

52 0.1mol/L過塩素酸1mL=31.39mg  $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

53 貯法 容器 密閉容器。

1 乾燥まむしウマ抗毒素

1 乾燥まむしウマ抗毒素

2 Freeze-dried Mamushi Antivenom, Equine

3 乾燥まむし抗毒素

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品はウマ免疫グロブリン中のまむし抗毒素を含む。

6 本品は生物学的製剤基準の乾燥まむしウマ抗毒素の条に適  
7 合する。

8 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

9 ずかに白濁した液となる。

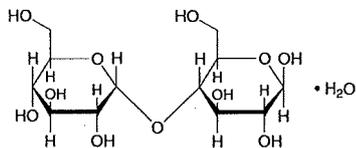
1 マルトース水和物

1 マルトース水和物

2 Maltose Hydrate

3 麦芽糖

4 マルトース



6  $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$  : 360.31

7  $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)- $\beta$ -D-glucopyranose

8 monohydrate

9 [6363-53-7]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、マルトース水和物  
11 ( $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ )98.0%以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は甘い。

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

15 確認試験

16 (1) 本品0.5gを水5mLに溶かし、アンモニア試液5mLを  
17 加え、水浴上で5分間加熱するとき、液はだいたい赤色を呈  
18 する。

19 (2) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 50)2~3滴を沸騰フェーリング試液  
20 5mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

21 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +126~+131° 本品を乾燥し、そ  
22 の約10gを精密に量り、アンモニア試液0.2mL及び水を加え  
23 て溶かし、正確に100mLとし、この液につき層長100mmで  
24 測定する。

25 pH (2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは4.5~  
26 6.5である。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品10gをとり、水30mLを入れたネスラー管  
29 に加え、60℃の水浴中で加温して溶かす。冷後、水を加え  
30 て50mLとするとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より  
31 濃くない。

32 比較液：塩化コバルト(II)の色の比較原液1.0mL、塩化鉄  
33 (III)の色の比較原液3.0mL及び硫酸銅(II)の色の比較原  
34 液2.0mLの混液に水を加えて10.0mLとした液1.0mLを  
35 とり、水を加えて50mLとする。

36 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
37 液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える(0.018%以下)。

38 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
39 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.024%以下)。

40 (4) 重金属 (1.07) 本品5.0gをとり、第1法により操作し、  
41 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(4ppm以  
42 下)。

43 (5) ヒ素 (1.11) 本品1.5gを水5mLに溶かし、希硫酸  
44 5mL及び臭素試液1mLを加え、水浴上で5分間加熱し、更に  
45 濃縮して5mLとする。冷後、これを検液とし、試験を行う  
46 (1.3ppm以下)。

47 (6) デキストリン、溶性でんぷん及び亜硫酸塩 本品1.0g

48 を水10mLに溶かし、ヨウ素試液1滴を加えるとき、液は黄  
49 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  
50 呈する。

51 (7) 窒素 本品約2gを精密に量り、窒素定量法 (1.08) に  
52 より試験を行うとき、窒素(N : 14.01)の量は0.01%以下であ  
53 る。ただし、分解に用いる硫酸の量は10mLとし、加える水  
54 酸化ナトリウム溶液(2 $\rightarrow$ 5)の量は45mLとする。

55 (8) 類縁物質 本品0.5gを水10mLに溶かし、試料溶液と  
56 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
57 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを  
58 正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) に  
59 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  
60 分法により測定するとき、試料溶液のマルトースより前に溶  
61 出する物質のピークの合計面積は、標準溶液のマルトースの  
62 ピーク面積の1.5倍より大きくない。また、試料溶液のマル  
63 トースより後に溶出する物質のピークの合計面積は、標準溶  
64 液のマルトースのピーク面積の1/2より大きくない。

65 操作条件

66 検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラム  
67 の選定は、定量法の操作条件を準用する。

68 検出感度：標準溶液20 $\mu$ Lから得たマルトースのピーク  
69 高さが約30mmになるように調整する。

70 面積測定範囲：マルトースの保持時間の約2倍の範囲

71 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 80℃, 4時間)。

72 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

73 定量法 本品及びマルトース標準品を乾燥し、その約0.1gずつ  
74 を精密に量り、それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えて  
75 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  
76 液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
77 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するマルト  
78 ースのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

79 マルトース( $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

80  $M_S$  : マルトース標準品の秤取量(mg)

81 内標準溶液 エチレングリコール溶液(1 $\rightarrow$ 50)

82 操作条件

83 検出器：示差屈折計

84 カラム：内径約8mm、長さ約55cmのステンレス管に  
85 10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオ  
86 ン交換樹脂(架橋度8%)を充てんする。

87 カラム温度：50℃付近の一定温度

88 移動相：水

89 流量：マルトースの保持時間が約18分になるように調  
90 整する。

91 カラムの選定：マルトース0.25g、ブドウ糖0.25g及びエ  
92 チレングリコール0.4gを水に溶かし、100mLとする。  
93 この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、マ  
94 ルトース、ブドウ糖、エチレングリコールの順に溶出  
95 し、マルトースとブドウ糖の分離度が4以上のものを用  
96 いる。

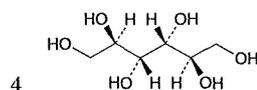
97 貯法 容器 気密容器。

# 1 D-マンニトール

## 1 D-マンニトール

2 D-Mannitol

3 D-マンニット



5  $C_6H_{14}O_6$  : 182.17

6 D-Mannitol

7 [69-65-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、D-マンニトール  
9 ( $C_6H_{14}O_6$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはなく、味は甘く、  
11 冷感がある。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
13 テルにほとんど溶けない。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

### 15 確認試験

16 (1) 本品の飽和水溶液5滴に塩化鉄(III)試液1mL及び水酸  
17 化ナトリウム溶液(1→5)5滴を加えるとき、黄色の沈殿を生  
18 じ、これを強く振り混ぜるとき、液は澄明となる。更に水酸  
19 化ナトリウム溶液(1→5)を追加しても沈殿を生じない。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
21 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
22 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同  
23 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もしこれらの  
24 スペクトルに差を認めるときは、本品1gを温湯3mLに溶か  
25 した後、5°Cで24時間又は結晶が析出するまで放置した後、  
26 ろ過する。得られた結晶を少量の冷水で洗った後、105°Cで  
27 4時間乾燥したものにつき、同様の試験を行う。

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +137~+145° 本品を乾燥し、そ  
29 の約1gを精密に量り、七モリブデン酸六アンモニウム四水  
30 和物溶液(1→20)80mLに溶かし、薄めた硫酸(1→35)を加え  
31 て正確に100mLとする。この液につき、層長100mmで測定  
32 する。

33 融点(2.60) 166~169°C

### 34 純度試験

35 (1) 溶状 本品2.0gを水10mLに加温して溶かすとき、液  
36 は無色澄明である。

37 (2) 酸 本品5.0gを新たに煮沸して冷却した水50mLに溶  
38 かし、フェノールフタレイン試液1滴及び0.01mol/L水酸化  
39 ナトリウム液0.50mLを加えるとき、液の色は赤色である。

40 (3) 塩化物(1.03) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
41 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.007%以下)。

42 (4) 硫酸塩(1.14) 本品2.0gをとり、試験を行う。比較  
43 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.010%以下)。

44 (5) 重金属(1.07) 本品5.0gをとり、第1法により操作し、  
45 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以  
46 下)。

47 (6) ニッケル 本品0.5gを水5mLに溶かし、ジメチルグ  
48 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  
49 置するとき、液は赤色を呈しない。

50 (7) ヒ素(1.11) 本品1.5gをとり、第1法により検液を調  
51 製し、試験を行う(1.3ppm以下)。

52 (8) 糖類 本品5.0gに水15mL及び希塩酸4.0mLを加え、  
53 還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後、水酸化  
54 ナトリウム試液で中和する(指示薬：メチルオレンジ試液2  
55 滴)。更に水を加えて50mLとし、その10mLをフラスコに量  
56 り、水10mL及びフェーリング試液40mLを加えて穏やかに3  
57 分間煮沸した後、放置して酸化銅(I)を沈殿させる。次いで  
58 上澄液をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、沈殿を温湯で洗  
59 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  
60 ろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿に硫酸鉄(III)試液  
61 20mLを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ  
62 過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80°Cに加熱し、  
63 0.02mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定(2.50)するとき、  
64 その消費量は1.0mL以下である。

65 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 4時間)。

66 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

67 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水に溶かし、  
68 正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、ヨウ素瓶  
69 に入れ、過ヨウ素酸カリウム試液50mLを正確に加え、水浴  
70 中で15分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム2.5gを加え、  
71 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  
72 ヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する  
73 (指示薬：デンプン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

74 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=1.822mg  $C_6H_{14}O_6$

75 貯法 容器 密閉容器。

## 1 D-マンニトール注射液

### 1 D-マンニトール注射液

2 D-Mannitol Injection

3 D-マンニット注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する

6 D-マンニトール( $C_6H_{14}O_6$ : 182.17)を含む。

7 製法 本品は「D-マンニトール」をとり、注射剤の製法によ  
8 り製する。

9 本品には保存剤を加えない。

10 性状 本品は無色澄明の液で、味は甘い。

11 本品は結晶を析出することがある。

12 確認試験 本品を水浴上で濃縮して飽和溶液とし、この液5滴  
13 につき、「D-マンニトール」の確認試験(1)を準用する。

14 pH (2.54) 4.5～7.0

15 エンドトキシン (4.01) 0.50EU/mL未満。

16 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

17 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

18 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

21 定量法 本品のD-マンニトール( $C_6H_{14}O_6$ )約5gに対応する容  
22 量を正確に量り、水を加えて正確に250mLとする。この液  
23 10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、次にこ  
24 の液10mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、以下「D-マン  
25 ニトール」の定量法を準用する。

26 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=1.822mg  $C_6H_{14}O_6$

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

## 1 ミグレニン

## 2 Migrenin

3 本品はアンチピリン90、カフェイン9及びクエン酸1の質  
4 量の割合からなる。

5 本品を乾燥したものは定量するとき、アンチピリン  
6 ( $C_{11}H_{12}N_2O$  : 188.23)87.0 ~ 93.0 % 及びカフェイン  
7 ( $C_8H_{10}N_4O_2$  : 194.19)8.6 ~ 9.5%を含む。

8 性状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末で、においはなく、  
9 味は苦い。

10 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又はクロロ  
11 ホルムに溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

12 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.0~4.0である。

13 本品は湿気及び光によって変化する。

## 14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLに亜硝酸ナトリウム試液2  
16 滴及び希硫酸1mLを加えるとき、液は濃緑色を呈する。

17 (2) 本品の水溶液(1→50)5mLに塩酸1滴及びホルムアル  
18 デヒド液0.2mLを加え、30分間水浴中で加熱した後、アン  
19 モニア試液の過量を加えてろ過する。ろ液に塩酸を加えて酸  
20 性とし、クロロホルム3mLを加えて振り混ぜ、クロロホル  
21 ム層を分取し、水浴上で蒸発し、残留物に過酸化水素試液  
22 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  
23 物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液2~3滴  
24 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  
25 水酸化ナトリウム試液2~3滴を加えるとき消える。

26 (3) 本品の水溶液(1→10)はクエン酸塩の定性反応 (1.09)  
27 を呈する。

28 融点 (2.60) 104~110°C

## 29 純度試験

30 (1) 溶状 本品1.0gを水40mLに溶かすとき、液は無色~  
31 微黄色澄明である。

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

35 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

36 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

## 37 定量法

38 (1) アンチピリン 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に  
39 量り、ヨウ素瓶に入れて、酢酸ナトリウム試液25mLに溶か  
40 し、0.05mol/Lヨウ素液30mLを正確に加え、時々振り混ぜ  
41 て20分間放置した後、クロロホルム15mLを加えて沈殿を溶  
42 かし、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴  
43 定 (2.50) する(指示薬: デンプン試液3mL)。同様の方法で  
44 空試験を行う。

45  $0.05\text{mol/L}$ ヨウ素液1mL=9.411mg  $C_{11}H_{12}N_2O$

46 (2) カフェイン 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、  
47 内標準溶液5mLを正確に加え、更にクロロホルムを加えて  
48 溶かし、10mLとし、試料溶液とする。別にカフェイン標準  
49 品を80°Cで4時間乾燥し、その約90mgを精密に量り、内標  
50 準溶液5mLを正確に加え、更にクロロホルムを加えて溶か  
51 し、10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液

52 1 $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) に  
53 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するカフェイン  
54 のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

55 カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S$

56  $M_S$ : カフェイン標準品の秤取量(mg)

57 内標準溶液 エテンザミドのクロロホルム溶液(1→50)

## 58 試験条件

59 検出器: 水素炎イオン化検出器

60 カラム: 内径2.6mm, 長さ210cmのガラス管に、ガス  
61 クロマトグラフィー用50%フェニルメチルシリコ  
62 ーンポリマーを180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー  
63 用ケイソウ土に15%の割合で被覆したものを充て  
64 んする。

65 カラム温度: 210°C付近の一定温度

66 キャリヤーガス: 窒素

67 流量: エテンザミドの保持時間が約4分になるように調  
68 整する。

## 69 システム適合性

70 システムの性能: アンチピリン0.9g及びカフェイン  
71 0.09gをクロロホルム10mLに溶かす。この液1 $\mu$ Lにつ  
72 き、上記の条件で操作するとき、カフェイン、アンチ  
73 ピリンの順に流出し、その分離度は1.5以上である。

74 システムの再現性: 標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
75 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
76 対するカフェインのピーク面積の比の相対標準偏差は  
77 1.0%以下である。

## 78 貯法

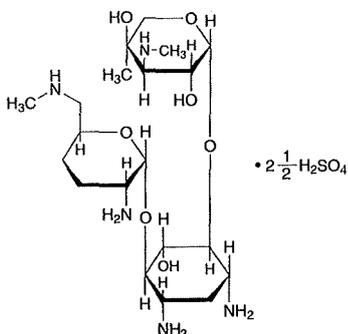
79 保存条件 遮光して保存する。

80 容器 気密容器。

## 1 ミクロノマイシン硫酸塩

2 Micronomicin Sulfate

3 硫酸ミクロノマイシン

4  $C_{20}H_{41}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4 : 708.77$ 5 2-Amino-2,3,4,6-tetraoxy-6-methylamino- $\alpha$ -D-6 erythro-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-[3-deoxy-4-C-methyl-3-7 methylamino- $\beta$ -L-arabinopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)]-2-deoxy-D-

8 streptamine hemipentasulfate

9 [52093-21-7, ミクロノマイシン]

11 本品は、*Micromonospora sagamiensis*の培養によって得  
12 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  
13 塩である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり590～  
15 660 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ミクロノマイ  
16 シン( $C_{20}H_{41}N_5O_7 : 463.57$ )としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

18 本品は水に極めて溶けやすく、エチレングリコールにやや  
19 溶けにくく、メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶  
20 けない。

21 本品は吸湿性である。

## 22 確認試験

23 (1) 本品及びミクロノマイシン硫酸塩標準品50mgずつを  
24 水10mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの  
25 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
26 う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフ  
27 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  
28 にエタノール(99.5)/1-ブタノール/アンモニア水(28)混液  
29 (10:8:7)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
30 風乾する。これにニンヒドリンのアセトン/ピリジン混液  
31 (25:1)溶液(1 $\rightarrow$ 500)を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱  
32 するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤紫色  
33 ～赤褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

34 (2) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 100)5mLに塩化バリウム試液1mL  
35 を加えるとき、白色の沈殿を生じ、希硝酸を加えても沈殿は  
36 溶けない。

37 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20} : +110 \sim +130^{\circ}$ (脱水物に換算したも  
38 の0.25g, 水, 25mL, 100mm)。39 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.5～  
40 5.5である。

## 41 純度試験

42 (1) 溶状 本品1.5gを水10mLに溶かすとき、液は無色～

43 微黄色澄明である。

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

47 (3) 類縁物質 本品0.40gを水10mLに溶かし、試料溶液  
48 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
49 200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
50 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
51 標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを  
52 用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール  
53 (99.5)/1-ブタノール/アンモニア水(28)混液(10:8:7)を  
54 展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。こ  
55 れにニンヒドリンのアセトン/ピリジン混液(25:1)溶液(1  
56  $\rightarrow$ 500)を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱するとき、試料  
57 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  
58 たスポットより濃くない。

59 水分(2.48) 10.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 逆滴定。ただし、  
60 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  
61 分測定用エチレングリコール混液(1:1)を用いる)。62 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  
63 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。64 (i) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる。

65 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

66 (iii) 標準溶液 ミクロノマイシン硫酸塩標準品約20mg(力  
67 価)に対応する量を精密に量り、pH8.0の抗生物質用  
68 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に20mLとし、標準  
69 原液とする。標準原液は5～15 $^{\circ}$ Cに保存し、30日以内に使用  
70 する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の抗生物質  
71 用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2 $\mu$ g(力価)及び  
72 0.5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度  
73 標準溶液とする。

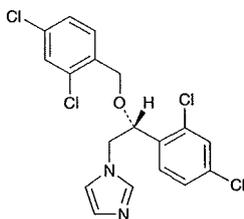
74 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
75 り、pH8.0の抗生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして  
76 正確に20mLとする。この液適量を正確に量り、pH8.0の抗  
77 生物質用0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2 $\mu$ g(力  
78 価)及び0.5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び  
79 低濃度試料溶液とする。

80 貯法 容器 気密容器。

1 ミコナゾール

1 ミコナゾール

2 Miconazole



3

4  $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$  : 416.13

5 1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzoyloxy)-2-(2,4-

6 dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole

7 [22916-47-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ミコナゾール  
9 ( $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶け  
12 やすく、ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど  
13 溶けない。

14 本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→2500)につき、紫外可視吸  
17 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
18 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
19 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。

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

24 融点(2.60) 84～87℃

25 純度試験

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

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

31 (3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
32 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
33 加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、メタ  
34 ノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これら  
35 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
36 行う。試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラ  
37 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。  
38 次にヘキササン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水  
39 (28)混液(60:30:10:1)を展開溶媒として約12cm展開した  
40 後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に20分間放置  
41 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、  
42 標準溶液から得たスポットより濃くない。

43 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 60℃, 3  
44 時間)。

45 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

46 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
47 (100)40mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
48 (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液3滴)。ただし、滴定  
49 の終点は液の淡黄褐色が淡黄緑色に変わるときとする。同様  
50 の方法で空試験を行い、補正する。

51 0.1mol/L過塩素酸1mL=41.61mg  $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$

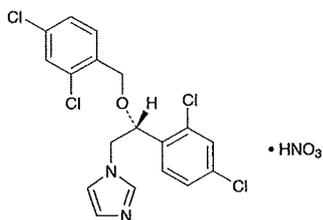
52 貯法 容器 気密容器。

# 1 ミコナゾール硝酸塩

## 1 ミコナゾール硝酸塩

2 Miconazole Nitrate

3 硝酸ミコナゾール



5  $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$  : 479.14

6 1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-

7 dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole mononitrate

8 [22832-87-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、ミコナゾール硝酸塩  
10 ( $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$ )98.5%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノ  
13 ールにやや溶けにくく、エタノール(95)、アセトン又は酢酸  
14 (100)に溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて溶け  
15 にくい。

16 融点：約180°C(分解)。

### 17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→100)2mLにライネッケ塩  
19 試液2mLを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

20 (2) 本品のメタノール溶液(1→2500)につき、紫外可視吸  
21 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
22 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
23 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。

24 (3) 本品のメタノール溶液(1→100)につき、炎色反応試験  
25 (2)(1.04)を行うとき、緑色を呈する。

26 (4) 本品のメタノール溶液(1→100)は硝酸塩の定性反応  
27 (1.09)を呈する。

### 28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gをメタノール100mLに溶かすとき、  
30 液は無色澄明である。

31 (2) 塩化物(1.03) 本品0.10gをとり、希硝酸6mL及び  
32 *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて溶かし、50mLとする。  
33 これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
34 0.25mLに希硝酸6mL及び*N,N*-ジメチルホルムアミドを加  
35 えて50mLとする(0.09%以下)。

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

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

41 (5) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
42 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
43 加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、メタ  
44 ノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これら  
45 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を

46 行う。試料溶液及び標準溶液50μLずつを薄層クロマトグラ  
47 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。  
48 次にヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水  
49 (28)混液(60 : 30 : 10 : 1)を展開溶媒として約12cm展開した  
50 後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に20分間放置  
51 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、  
52 標準溶液から得たスポットより濃くない。

53 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 60°C, 3  
54 時間)。

55 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

56 定量法 本品を乾燥し、その約0.35gを精密に量り、酢酸  
57 (100)50mLを加え、加温して溶かし、冷後、0.1mol/L過塩  
58 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
59 を行い、補正する。

60 0.1mol/L過塩素酸1mL=47.91mg  $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$

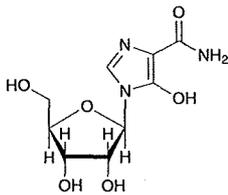
### 61 貯法

62 保存条件 遮光して保存する。

63 容器 気密容器。

## 1 ミゾリビン

## 2 Mizoribine



3

4  $C_9H_{13}N_3O_6$  : 259.225 5-Hydroxy-1- $\beta$ -D-ribofuranosyl-1H-imidazole-4-

6 carboxamide

7 [50924-49-7]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ミゾリビン  
9 ( $C_9H_{13}N_3O_6$ )98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色~帯黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水に溶けやすく、メタノール又はエタノール(99.5)  
12 にほとんど溶けない。

## 13 確認試験

14 (1) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
15 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の参照ス  
16 pektル又はミゾリビン標準品について同様に操作して得ら  
17 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  
18 長のところに同様の強度の吸収を認める。

19 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
20 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
21 品の参照スペクトル又はミゾリビン標準品のスペクトルを比  
22 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  
23 強度の吸収を認める。

24 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -25~-27°(脱水物に換算したもの  
25 0.5g, 水, 25mL, 100mm)。

## 26 純度試験

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

30 (2) 類縁物質 本品0.10gを移動相に溶かして50mLとし、  
31 試料溶液とする。この液5mLを正確に量り、移動相を加え  
32 て正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を  
33 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
34 標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
35 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
36 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のミ  
37 ゾリビン以外のピークの面積は、標準溶液のミゾリビンのピ  
38 ーク面積より大きくない。

## 39 試験条件

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

42 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 220nm)

43 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からミゾリビンの保持  
44 時間の約3倍の範囲

## 45 システム適合性

46 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、移動相を加

47 えて正確に5mLとする。この液5 $\mu$ Lから得たミゾリビ  
48 ンのピーク面積が、標準溶液のミゾリビンのピーク面  
49 積の14~26%になることを確認する。

50 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
51 作するとき、ミゾリビンのピークの理論段数及びシン  
52 メトリー係数は、それぞれ10000段以上, 1.4以下で  
53 ある。

54 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
55 試験を6回繰り返すとき、ミゾリビンのピーク面積の  
56 相対標準偏差は2.0%以下である。

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

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品約0.1gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に  
60 50mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正  
61 確に50mLとし、試料溶液とする。別にミゾリビン標準品  
62 (別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
63 10mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとし、  
64 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確にと  
65 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
66 を行い、それぞれの液のミゾリビンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$   
67 を測定する。

68 ミゾリビン( $C_9H_{13}N_3O_6$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S \times 10$ 69  $M_S$ : 脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

## 70 試験条件

71 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 279nm)

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

75 カラム温度: 25°C付近の一定温度

76 移動相: 薄めたリン酸(1→1500)

77 流量: ミゾリビンの保持時間が約9分になるように調整  
78 する。

## 79 システム適合性

80 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
81 作するとき、ミゾリビンのピークの理論段数及びシン  
82 メトリー係数は、それぞれ10000段以上, 1.4以下で  
83 ある。

84 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
85 試験を6回繰り返すとき、ミゾリビンのピーク面積の  
86 相対標準偏差は1.0%以下である。

87 貯法 容器 気密容器。

## 1 ミゾリビン錠

## 2 Mizoribine Tablets

本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応するミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>; 259.22)を含む。

**製法** 本品は「ミゾリビン」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「ミゾリビン」0.1gに対応する量を取り、水5mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。別にミゾリビン標準品20mgをとり、水1mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液1μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/アンモニア水(28)/1-プロパノール混液(2:1:1)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及び標準溶液から得たスポットは赤褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

**純度試験** 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「ミゾリビン」0.10gに対応する量を取り、移動相30mLを加えてよく振り混ぜた後、移動相を加えて50mLとする。この液を孔径0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過し、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20mL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、試料溶液のミゾリビンに対する相対保持時間約0.3のピーク面積は、標準溶液のミゾリビンのピーク面積より大きくない。また、ミゾリビン及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のミゾリビンのピーク面積の2/5より大きくない。

**試験条件**

カラム、カラム温度、移動相及び流量は、「ミゾリビン」の定量法の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミゾリビンの保持時間の約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5mLとする。この液5μLから得たミゾリビンのピーク面積が、標準溶液のミゾリビンのピーク面積の14～26%になることを確認する。

システムの性能：標準溶液5μLにつき、上記の条件で操作するとき、ミゾリビ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、1.4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、ミゾリビ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) 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50mLを加え、崩壊するまで振り混ぜ

た後、水を加えて正確に100mLとする。この液をろ過し、初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液V mLを正確に量り、1mL中にミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)約5μg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。以下定量法を準用する。

ミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)の量  

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 50$$

M<sub>S</sub>：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

**溶性**(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0.5μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)約14μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にミゾリビン標準品(別途「ミゾリビン」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約28mgを精密に量り、水に溶かし、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279nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

ミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)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<sub>S</sub>：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)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。ミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)約25mgに対応する量を精密に量り、水50mLを加えてよく振り混ぜた後、水を加えて正確に100mLとする。この液をろ過し、初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別にミゾリビン標準品(別途「ミゾリビン」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100mL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279nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

ミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

M<sub>S</sub>：脱水物に換算したミゾリビン標準品の秤取量(mg)

**貯法** 容器 気密容器。

1 ミツロウ

1 ミツロウ

2 Yellow Beeswax

3 CERA FLAVA

4 黄蠟

5 本品はヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné 又はトウ  
6 ヨウミツバチ *Apis cerana* Fabricius (*Apidae*) などのミツバ  
7 チの巣から得たろうを精製したものである。

8 性状 本品は淡黄色～帯褐色の塊で、敗油性でない特異なに  
9 おいがある。

10 本品は冷時では比較的割りやすく、断面は非結晶粒状性で  
11 ある。

12 酸価 (1.13) 5～9 又は 17～22. 本品約 6g を精密に量り、  
13 250mL の共栓フラスコに入れ、エタノール(99.5)50mL を加  
14 え、加温して溶かし、フェノールフタレイン試液 1mL を加  
15 え、以下酸価の試験を行う。ただし、溶媒はあらかじめ中和  
16 せずに同様の方法で空試験を行い、補正する。

17 けん化価 (1.13) 80～100 本品約 3g を精密に量り、250mL  
18 の共栓フラスコに入れ、正確に 0.5mol/L 水酸化カリウム・  
19 エタノール液 25mL 及びエタノール(95)50mL を加え、還流  
20 冷却器を付け、水浴上で 4 時間加熱し、以下けん化価の試験  
21 を行う。

22 融点 (1.13) 60～67°C

23 純度試験 パラフィン、脂肪、もくろう又は樹脂 本品をなる  
24 べく低温で融解し、エタノール(95)中に滴加して球粒を製し、  
25 24 時間空气中に放置した後、これを比重 0.95 及び 0.97 に調  
26 製したエタノール(95)及び水の混液にそれぞれ投入するとき、  
27 球粒は比重 0.95 の混液では沈むか又は懸留し、比重 0.97 の混  
28 液では浮かぶか又は懸留する。

29 貯法 容器 密閉容器。

1 サラシミツロウ

1 サラシミツロウ

2 White Beeswax

3 CERA ALBA

4 白蠟

5 本品は「ミツロウ」を漂白したものである。

6 性状 本品は白色～帯黄白色の塊で、特異なおいがある。

7 本品は冷時では比較的割りやすく、断面は非結晶粒状性で  
8 ある。

9 本品はジエチルエーテルに溶けにくく、水又はエタノール  
10 (99.5)にほとんど溶けない。

11 酸価 (1.13) 5～9又は17～22。本品約6gを精密に量り、  
12 250mLの共栓フラスコに入れ、エタノール(99.5)50mLを加  
13 え、加温して溶かし、フェノールフタレイン試液1mLを加  
14 え、以下酸価の試験を行う。ただし、溶媒はあらかじめ中和  
15 せずに同様の方法で空試験を行い、補正する。

16 けん化価 (1.13) 80～100 本品約3gを精密に量り、250mL  
17 の共栓フラスコに入れ、正確に0.5mol/L水酸化カリウム・  
18 エタノール液25mL及びエタノール(95)50mLを加え、還流  
19 冷却器を付け、水浴上で4時間加熱し、以下けん化価の試験  
20 を行う。

21 融点 (1.13) 60～67°C

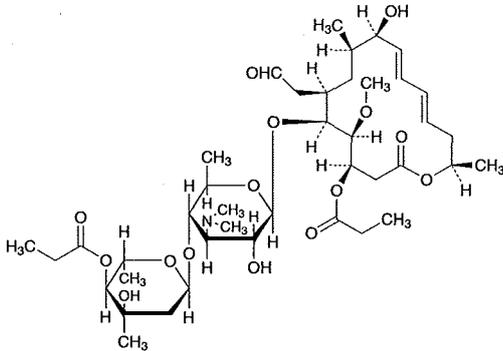
22 純度試験 パラフィン、脂肪、もくろう又は樹脂 本品をなる  
23 べく低温で融解し、エタノール(95)中に滴加して球粒を製し、  
24 24時間空气中に放置した後、これを比重0.95及び0.97に調  
25 製したエタノール(95)及び水の混液にそれぞれ投入するとき、  
26 球粒は比重0.95の混液では沈むか又は懸留し、比重0.97の混  
27 液では浮かぶか又は懸留する。

28 貯法 容器 密閉容器。

1 ミデカマイシン

1 ミデカマイシン

2 Midecamycin



3

4  $C_{41}H_{67}NO_{15}$  : 813.97

5 (3R,4R,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-

6 5-[2,6-Dideoxy-3-C-methyl-4-O-propanoyl- $\alpha$ -L-ribo-

7 hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino- $\beta$ -D-

8 glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-

9 8-methyl-3-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

10 [35457-80-8]

11 本品は、*Streptomyces mycarofaciens*の培養によって得  
12 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。

13 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり950~  
14 1020 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ミデカマイ  
15 シン( $C_{41}H_{67}NO_{15}$ )としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

17 本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(95)に  
18 溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

19 確認試験

20 (1) 本品のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 50000)につき、紫外可視  
21 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
22 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標  
23 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  
24 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  
25 吸収を認める。

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

31 融点(2.60) 153~158 $^{\circ}$ C

32 純度試験 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作  
33 し、試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える  
34 (30ppm以下)。

35 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(1g, 減圧・0.67kPa以下, 60 $^{\circ}$ C,  
36 3時間)。

37 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

38 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  
39 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

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

41 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

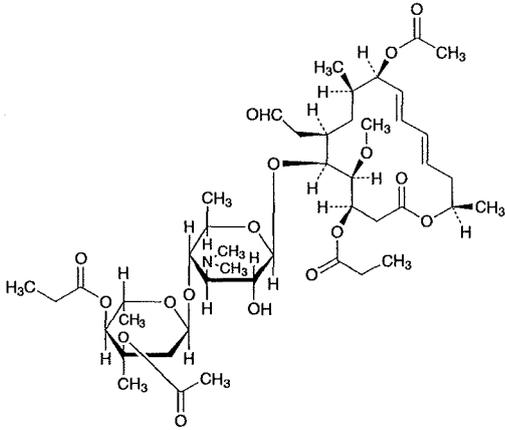
42 (iii) 標準溶液 ミデカマイシン標準品を乾燥し、その約  
43 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール10mLに  
44 溶かし、水を加えて正確に50mLとし、標準原液とする。標  
45 準溶液は5 $^{\circ}$ C以下に保存し、7日以内に使用する。用時、標  
46 準原液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液  
47 で1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む溶液を調製し、  
48 高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

49 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
50 り、メタノール10mLに溶かし、水を加えて正確に50mLと  
51 する。この液適量を正確に量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩  
52 緩衝液で1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む溶液を調  
53 製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

54 貯法 容器 気密容器。

1 ミデカマイシン酢酸エステル

- 2 Midecamycin Acetate  
3 酢酸ミデカマイシン



4

5  $C_{45}H_{71}NO_{17}$  : 898.04  
6 (3R,4S,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-9-Acetoxy-5-[3-O-  
7 acetyl-2,6-dideoxy-3-C-methyl-4-O-propanoyl- $\alpha$ -L-  
8 ribo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-  
9  $\beta$ -D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-  
10 methyl-3-propionoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide  
11 [55881-07-7]

12 本品は、ミデカマイシンの誘導体である。  
13 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり950~  
14 1010 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ミデカマイ  
15 シン酢酸エステル( $C_{45}H_{71}NO_{17}$ )としての量を質量(力価)で示  
16 す。

17 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

18 本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶  
19 けにくく、水にほとんど溶けない。

20 確認試験

21 (1) 本品のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 50000)につき、紫外可視  
22 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
23 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン酢  
24 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  
25 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  
26 同様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
28 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  
29 本品の参照スペクトル又は乾燥したミデカマイシン酢酸エス  
30 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  
31 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

35 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(1.0g, 減圧・0.67kPa以下, 60 $^{\circ}$ C,  
36 3時間)。

37 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

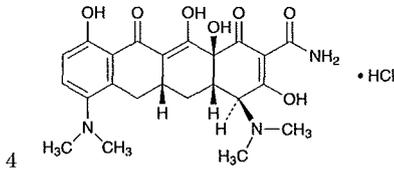
38 定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法  
39 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

- 40 (i) 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる。  
41 (ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる。  
42 (iii) 標準溶液 ミデカマイシン酢酸エステル標準品を乾燥  
43 し、その約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノ  
44 ールに溶かし、正確に50mLとし、標準原液とする。標準溶  
45 液は5~15 $^{\circ}$ Cに保存し、7日以内に使用する。用時、標準原  
46 液適量を正確に量り、pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液で  
47 1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む溶液を調製し、高  
48 濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。  
49 (iv) 試料溶液 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量  
50 り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液適量  
51 を正確に量り、pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液で1mL中に  
52 20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む溶液を調製し、高濃度試料  
53 溶液及び低濃度試料溶液とする。  
54 貯法 容器 気密容器。

1 ミノサイクリン塩酸塩

2 Minocycline Hydrochloride

3 塩酸ミノサイクリン



5  $C_{23}H_{27}N_3O_7 \cdot HCl : 493.94$

6 (4*S*,4*aS*,5*aR*,12*aS*)-4,7-Bis(dimethylamino)-

7 3,10,12,12*a*-tetrahydroxy-1,11-dioxo-

8 1,4,4*a*,5,5*a*,6,11,12*a*-octahydrotetracene-2-carboxamide

9 monohydrochloride

10 [13614-98-7]

11 本品は、テトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である。

12 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり890～  
13 950μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ミノサイクリ  
14 ン( $C_{23}H_{27}N_3O_7 : 457.48$ )としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

16 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノ  
17 ールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール  
18 (95)に溶けにくい。

19 確認試験

20 (1) 本品の塩酸のメタノール溶液(19→20000)溶液(1→  
21 62500)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
22 ペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクト  
23 ル又はミノサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して  
24 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  
25 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
27 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
28 品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品のスペ  
29 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  
30 ころに同様の強度の吸収を認める。

31 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
32 を呈する。

33 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは3.5～  
34 4.5である。

35 純度試験

36 (1) 溶状 本品1.0gを水100mLに溶かすとき、液は澄明  
37 である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法  
38 (2.24)により試験を行うとき、波長560nmにおける吸光度  
39 は0.06以下である。ただし、試験は溶液調製後、1時間以内  
40 に行う。

41 (2) 重金属(1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
42 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以  
43 下)。

44 (3) 類縁物質 本品50mgをとり、移動相100mLに溶かし、  
45 試料溶液とする。試料溶液調製後、速やかに試験を行う。試  
46 料溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
47 (2.01)により試験を行い、各々のピーク面積を自動積分法

48 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  
49 き、エピミノサイクリンは1.2%以下であり、ミノサイクリ  
50 ン及びエピミノサイクリン以外の各々のピークの面積は  
51 1.0%以下である。また、ミノサイクリン及びエピミノサイ  
52 クリン以外のピークの合計面積は2.0%以下である。

53 試験条件

54 検出器、カラム、カラム温度及び移動相は定量法の試験  
55 条件を準用する。

56 流量：ミノサイクリンの保持時間が約12分になるよう  
57 に調整する。この条件で、エピミノサイクリンの保持  
58 時間は約10分である。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの  
60 保持時間の約2.5倍の範囲

61 システム適合性

62 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。  
63 検出の確認：試料溶液2mLをとり、移動相を加えて正  
64 確に100mLとし、システム適合性試験用溶液とする。  
65 システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り、移動  
66 相を加えて正確に100mLとする。この液20μLから得  
67 たミノサイクリンのピーク面積が、システム適合性試  
68 験用溶液のミノサイクリンのピーク面積の3.5～6.5%  
69 になることを確認する。

70 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLに  
71 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ミノサ  
72 イクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で  
73 ある。

74 水分(2.48) 4.3～8.0%(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

75 強熱残分(2.44) 0.5%以下(1g)。

76 定量法 本品及びミノサイクリン塩酸塩標準品約50mg(力価)  
77 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  
78 確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液  
79 及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
80 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
81 ミノサイクリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ミノサイクリン}(C_{23}H_{27}N_3O_7)\text{の量}[\mu\text{g(力価)}] \\ & = M_S \times A_T / A_S \times 1000 \end{aligned}$$

84  $M_S$ ：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

85 試験条件

86 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

87 カラム：内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm  
88 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
89 ゲルを充てんする。

90 カラム温度：25℃付近の一定温度

91 移動相：シュウ酸アンモニウム水合物溶液(7→250)/  
92 *N,N*-ジメチルホルムアミド/0.1mol/Lエチレンジア  
93 ミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液(11：5：4)に  
94 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて  
95 pH6.5に調整する。

96 流量：ミノサイクリンの保持時間が約12分になるよう  
97 に調整する。

98 システム適合性

99 システムの性能：本品50mgを水25mLに溶かす。この

## 2 ミノサイクリン塩酸塩

- 100 液5mLを水浴上で60分間加熱した後、水を加えて  
101 25mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
102 作するとき、エピミノサイクリン、ミノサイクリンの  
103 順に溶出し、その分離度は2.0以上である。  
104 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
105 で試験を6回繰り返すとき、ミノサイクリンのピーク  
106 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 107 貯法
- 108 保存条件 遮光して保存する。
- 109 容器 気密容器。

## 1 ミノサイクリン塩酸塩錠

2 Minocycline Hydrochloride Tablets

3 塩酸ミノサイクリン錠

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0~110.0%に  
5 対応するミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>: 457.48)を含む。

6 製法 本品は「ミノサイクリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法に  
7 より製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ミノサイクリン塩  
9 酸塩」10mg(力価)に対応する量を取り、塩酸のメタノール  
10 溶液(19→2000)625mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過す  
11 る。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収  
12 スペクトルを測定するとき、波長221~225nm, 261~  
13 265nm及び354~358nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験 類縁物質 本操作は、試料溶液を調製した後、速や  
15 かに試験を行う。本品5個以上をとり、粉末とする。表示量  
16 に従い「ミノサイクリン塩酸塩」50mg(力価)に対応する量  
17 をとり、移動相60mLを加えて激しく振り混ぜた後、移動相  
18 を加えて100mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試  
19 料溶液とする。試料溶液20μLにつき、次の条件で液体クロ  
20 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、各々のピーク面  
21 積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりミノサ  
22 イクリンに対する相対保持時間約0.83のエピミノサイクリン  
23 の量を求めるとき、2.0%以下である。

## 24 試験条件

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

27 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からミノサイクリンの  
28 保持時間の約2.5倍の範囲

## 29 システム適合性

30 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

31 検出の確認: 試料溶液2mLに移動相を加えて100mLと  
32 し、システム適合性試験用溶液とする。システム適合  
33 性試験用溶液5mLを正確に量り、移動相を加えて正  
34 確に100mLとする。この液20μLから得たミノサイク  
35 リンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液  
36 20μLから得たミノサイクリンのピーク面積の3.5~  
37 6.5%になることを確認する。

38 システムの再現性: システム適合性試験用溶液20μLに  
39 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ミノサ  
40 イクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で  
41 ある。

42 水分(2.48) 12.0%以下(本品を粉末としたもの0.5g、容量滴  
43 定法、逆滴定)。

44 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  
45 き、適合する。

46 本品1個をとり、移動相60mLを加えて15分間超音波処理  
47 した後、1mL中に「ミノサイクリン塩酸塩」約0.5mg(力価)  
48 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。  
49 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  
50 を準用する。

51 ミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>)の量[mg(力価)]

$$52 = M_S \times A_T / A_S \times V / 50$$

53  $M_S$ : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

54 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
55 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
56 85%以上である。

57 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
58 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
59 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
60 正確に量り、表示量に従い1mL中に「ミノサイクリン塩酸  
61 塩」約9μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV'  
62 mLとし、試料溶液とする。別にミノサイクリン塩酸塩標  
63 準品約30mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、  
64 正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、水を加え  
65 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
66 溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
67 い、波長348nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

68 ミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$69 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

70  $M_S$ : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

71  $C$ : 1錠中のミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>)の表示量[mg(力  
72 価)]

73 定量法 本品の「ミノサイクリン塩酸塩」約1g(力価)に対応す  
74 る個数をとり、移動相120mLを加えて15分間超音波処理し  
75 した後、移動相を加えて正確に200mLとする。この液を遠心  
76 分離し、上澄液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
77 50mLとし、試料溶液とする。別にミノサイクリン塩酸塩標  
78 準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶  
79 かし、正確に50mLとし、標準溶液とする。以下「ミノサイ  
80 クリン塩酸塩」の定量法を準用する。

81 ミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>)の量[mg(力価)]

$$82 = M_S \times A_T / A_S \times 40$$

83  $M_S$ : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

## 84 貯法

85 保存条件 遮光して保存する。

86 容器 気密容器。

1 注射用ミノサイクリン塩酸塩

1 注射用ミノサイクリン塩酸塩

2 Minocycline Hydrochloride for Injection

3 注射用塩酸ミノサイクリン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
6 対応するミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>：457.48)を含む。

7 製法 本品は「ミノサイクリン塩酸塩」をとり、注射剤の製法  
8 により製する。

9 性状 本品は黄色～黄褐色の粉末又は薄片である。

10 確認試験 本品4mgをとり、塩酸のメタノール溶液(19→  
11 20000)250mLに溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法  
12 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長221～  
13 225nm, 261～265nm及び354～358nmに吸収の極大を示す。

14 pH (2.54) 本品の表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」  
15 0.1g(力価)に対応する量をとり、水10mLに溶かした液のpH  
16 は2.0～3.5である。

17 純度試験 類縁物質 本操作は、試料溶液を調製後、速やかに  
18 試験を行う。本品の表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」  
19 0.1g(力価)に対応する量をとり、移動相に溶かして100mLと  
20 する。この液25mLを量り、移動相を加えて50mLとし、試  
21 料溶液とする。試料溶液20μLにつき、次の条件で液体クロ  
22 マトグラフィー (2.01)により試験を行い、各々のピーク面  
23 積を自動積分法により測定する。面積百分率法によりミノサ  
24 イクリンに対する相対保持時間約0.83のエピミノサイクリン  
25 の量を求めるとき、6.0%以下である。

26 試験条件

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

29 面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの  
30 保持時間の約2.5倍の範囲

31 システム適合性

32 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

33 検出の確認：定量法の標準溶液2mLを正確に量り、移  
34 動相を加えて正確に100mLとし、システム適合性試  
35 験用溶液とする。システム適合性試験用溶液5mLを  
36 正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとする。  
37 この液20μLから得たミノサイクリンのピーク面積が、  
38 システム適合性試験用溶液20μLから得たミノサイク  
39 リンのピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する。

40 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20μLに  
41 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ミノサ  
42 イクリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で  
43 ある。

44 水分 (2.48) 本品1個の質量を精密に量り、水分測定用メタノ  
45 ール2mLを正確に加え、内容物を溶かした後、その1mLを  
46 正確に量り、容量滴定法の逆滴定により試験を行うとき、  
47 3.0%以下である。

48 エンドトキシン (4.01) 1.25EU/mg(力価)未満。

49 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

50 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

51 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

52 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

53 適合する。

54 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。  
55 「ミノサイクリン塩酸塩」約0.1g(力価)に対応する量を精密  
56 に量り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液  
57 25mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、試  
58 料溶液とする。別にミノサイクリン塩酸塩標準品約25mg(力  
59 価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に  
60 50mLとし、標準溶液とする。以下「ミノサイクリン塩酸  
61 塩」の定量法を準用する。

62 ミノサイクリン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>)の量[mg(力価)]

63  $= M_S \times A_T / A_S \times 4$

64  $M_S$ ：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

65 貯法 容器 密封容器。

1 ミヨウバン水

1 ミヨウバン水

2 Alum Solution

3 本品は定量するとき、硫酸アルミニウムカリウム水和物  
4  $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O} : 474.39]0.27\sim 0.33\text{w/v}\%$ を含む。

5 製法

硫酸アルミニウムカリウム水和物	3g
ハッカ水	50mL
常水、精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

6 以上をとり、溶解混和して製する。

7 性状 本品は無色透明の液で、ハッカ油のにおいがあり、味は  
8 渋い。

9 確認試験

10 (1) 本品5mLに塩化アンモニウム試液3mL及びアンモニ  
11 ア試液1mLを加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、更  
12 にアリザリンレッドS試液5滴を追加するとき、沈殿は赤色  
13 に変わる(硫酸アルミニウム)。

14 (2) 本品100mLを蒸発皿にとり、水浴上で蒸発乾固し、  
15 残留物を水5mLに溶かした液はカリウム塩の定性反応  
16 (1.09)を呈する。

17 (3) 本品は硫酸塩の定性反応 (1.09) の(1)及び(2)を呈する。

18 定量法 本品50mLを正確に量り、0.02mol/Lエチレンジアミ  
19 ン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え、pH4.8  
20 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後、5分間  
21 煮沸し、冷後、エタノール(95)55mLを加え、0.02mol/L酢  
22 酸亜鉛液で滴定 (2.50)する(指示薬：ジチゾン試液2mL)。  
23 ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色になるときと  
24 する。同様の方法で空試験を行う。

25 0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

26 1mL

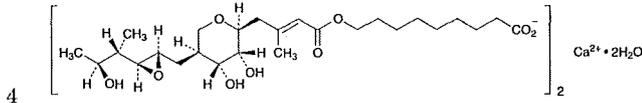
27 =9.488mg  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

28 貯法 容器 気密容器。

1 ムピロシンカルシウム水和物

2 Mupirocin Calcium Hydrate

3 ムピロシンカルシウム 水和物



5 C<sub>52</sub>H<sub>86</sub>CaO<sub>18</sub> · 2H<sub>2</sub>O : 1075.34

6 Monocalcium bis[9-((2E)-4-((2S,3R,4R,5S)-5-

7 [(2S,3S,4S,5S)-2,3-epoxy-5-hydroxy-4-methylhexyl]-3,4-

8 dihydroxy-3,4,5,6-tetrahydro-2H-pyran-2-yl]-3-methylbut-

9 2-enoyloxy]nonanoate]dihydrate

10 [115074-43-6]

11 本品は、*Pseudomonas fluorescens*の培養によって得られ  
12 る抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である。

13 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり895～  
14 970μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ムピロシン  
15 (C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>O<sub>9</sub> : 500.62)としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色の粉末で、味は苦い。

17 本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノール(95)に  
18 溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

19 確認試験

20 (1) 本品のメタノール溶液(1→200)1mLに、過塩素酸ヒ  
21 ドロキシルアミン・エタノール試液4mL及びN,N'-ジシク  
22 ロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液1mLを加え、  
23 よく振り混ぜた後、微温湯中に20分間放置する。冷後、過  
24 塩素酸鉄(III)・エタノール試液1mLを加えて振り混ぜるとき、  
25 液は暗紫色を呈する。

26 (2) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測  
27 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長219  
28 ～224nmに吸収の極大を示す。

29 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
30 ースト法により測定するとき、波数1708cm<sup>-1</sup>, 1648cm<sup>-1</sup>,  
31 1558cm<sup>-1</sup>, 1231cm<sup>-1</sup>, 1151cm<sup>-1</sup>及び894cm<sup>-1</sup>付近に吸収を  
32 認める。

33 (4) 本品の水溶液(3→1000)は、カルシウム塩の定性反応  
34 (3)(1.09)を呈する。

35 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -16～-20°(脱水物に換算したもの  
36 1g, メタノール, 20mL, 100mm)。

37 純度試験

38 (1) 類縁物質 本品約50mgを量り、pH4.0の0.1mol/L酢  
39 酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液(3→4)  
40 混液(1:1)に溶かして10mLとし、試料溶液(1)とする。この  
41 液2mLを正確に量り、pH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウ  
42 ム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液(1:1)を加え  
43 て正確に100mLとし、試料溶液(2)とする。調製した試料溶  
44 液は4～8℃に保存する。試料溶液(1)及び試料溶液(2)20μLず  
45 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
46 (2.01)により試験を行う。試料溶液(1)及び試料溶液(2)の  
47 各々のピーク面積を自動積分法により測定し、ムピロシンに  
48 対する相対保持時間約0.7のピークの量(主類縁物質の量)を

49 次式により求めるとき、4.0%以下であり、溶媒ピーク及び  
50 ムピロシンのピーク以外のピークの合計量(類縁物質の合計  
51 量)を次式により求めるとき、6.0%以下である。

52 主類縁物質の量(%)

53 
$$= \frac{A_i}{A+A_m} \times 100 \times \frac{P \times 100}{100 - \frac{A \times 100}{A+A_m}}$$

54 類縁物質の合計量(%)

55 
$$= \frac{A}{A+A_m} \times 100 \times \frac{P \times 100}{100 - \frac{A \times 100}{A+A_m}}$$

56 A: 試料溶液(1)から得た溶媒ピーク及びムピロシンのピー  
57 ク以外のピークの合計面積

58 A<sub>i</sub>: 試料溶液(1)から得たムピロシンに対する相対保持時  
59 間約0.7のピーク面積

60 A<sub>m</sub>: 試料溶液(2)から得たムピロシンのピーク面積を50倍  
61 した値

62 P: 定量法で求めた本品1mg当たりの力価[mg(力価)]

63 試験条件

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

66 面積測定範囲: 溶媒のピークの後から、ムピロシンの保  
67 持時間の約3倍の範囲

68 システム適合性

69 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。  
70 検出の確認: 試料溶液(2)1mLを正確に量り、pH4.0の  
71 0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒド  
72 ロフラン溶液(3→4)混液(1:1)を加えて正確に20mL  
73 とする。この液20μLから得たムピロシンのピーク面  
74 積が、試料溶液(2)のピーク面積の4～6%になること  
75 を確認する。

76 システムの再現性: 試料溶液(2)20μLにつき、上記の条  
77 件で試験を6回繰り返すとき、ムピロシンのピーク面  
78 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

79 (2) 工程由来の無機塩類 別に規定する。

80 水分(2.48) 3.0～4.5%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

81 定量法 本品及びムピロシンリチウム標準品約20mg(力価)に  
82 対応する量を精密に量り、それぞれpH4.0の0.1mol/L酢酸・  
83 酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液(3→4)混液  
84 (1:1)に溶かして正確に200mLとし、試料溶液及び標準溶  
85 液とする。調製した試料溶液及び標準溶液は4～8℃に保存  
86 する。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の  
87 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
88 それぞれの液のムピロシンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
89 る。

90 ムピロシン(C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>O<sub>9</sub>)の量[μg(力価)]

91 
$$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

92 M<sub>S</sub>: ムピロシンリチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

93 試験条件

94 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 240nm)

95 カラム: 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管に5μm

## 2 ムピロシンカルシウム水和物

- 96 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
97 ゲルを充てんする。  
98 カラム温度：40℃付近の一定温度  
99 移動相：酢酸アンモニウム7.71gを水750mLに溶かし、  
100 酢酸(100)を加えてpH5.7に調整した後、水を加えて  
101 1000mLとする。この液300mLにテトラヒドロフラ  
102 ン100mLを加える。  
103 流量：ムピロシンの保持時間が約12.5分になるように調  
104 整する。  
105 システム適合性  
106 システムの性能：ムピロシンリチウム標準品約20mg及  
107 びパラオキシ安息香酸エチル約5mgをとり、pH4.0の  
108 0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒド  
109 ロフラン溶液(3→4)混液(1：1)に溶かして200mLとす  
110 る。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、  
111 ムピロシン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、  
112 その分離度は12以上である。  
113 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
114 で試験を6回繰り返すとき、ムピロシンのピーク面積  
115 の相対標準偏差は1.0%以下である。  
116 貯法 容器 気密容器。

## 1 ムピロシンカルシウム軟膏

## 2 Mupirocin Calcium Ointment

3 本品は油性の軟膏剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の95.0~105.0%に  
5 対応するムピロシン(C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>O<sub>9</sub> : 500.62)を含む。

6 製法 本品は「ムピロシンカルシウム水和物」をとり、軟膏  
7 剤の製法により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「ムピロシンカルシウム水和  
9 物」10mg(力価)に対応する量を取り、水5mLを加え、時々  
10 振り混ぜながら60℃の水浴上で10分間加熱する。冷後、ろ  
11 過し、ろ液1mLに水を加えて100mLとした液につき、紫外  
12 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定する  
13 とき、波長220~224nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「ムピロシンカル  
15 シウム水和物」50mg(力価)に対応する量を取り、薄めたテ  
16 トラヒドロフラン(3→4)5mLを加えて激しく振り混ぜる。こ  
17 の液にpH4.0の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを  
18 加えて激しく振り混ぜ、ガラスウール製ろ紙を用いてろ過し、  
19 ろ液を試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、pH4.0の  
20 0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/薄めたテトラヒド  
21 ロフラン(3→4)混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準  
22 溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、  
23 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
24 う。試料溶液のムピロシン以外のピークの面積及び標準溶液  
25 のムピロシンのピーク面積を自動積分法により測定し、次式  
26 により個々の類縁物質の量を求めるとき、ムピロシンに対す  
27 る相対保持時間約0.7の類縁物質の量は4.0%以下、その他の  
28 類縁物質の量は1.5%以下であり、類縁物質の総量は6.0%以  
29 下である。

30 個々の類縁物質の量(%) =  $A / (\Sigma A + A_m) \times 100$

31 A : 試料溶液から得た個々の類縁物質のピーク面積

32  $\Sigma A$  : 試料溶液から得たムピロシンのピーク以外のピーク  
33 の合計面積

34  $A_m$  : 標準溶液から得たムピロシンのピーク面積を50倍し  
35 た値

## 36 試験条件

37 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ムピ  
38 ロシンカルシウム水和物」の定量法の試験条件を準用  
39 する。

40 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からムピロシンの保持  
41 時間の約5倍の範囲

## 42 システム適合性

43 システムの性能は「ムピロシンカルシウム水和物」の定  
44 量法のシステム適合性を準用する。

45 検出の確認 : 標準溶液1mLを正確に量り、pH4.0の  
46 0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/薄めたテト  
47 ラヒドロフラン(3→4)混液(1:1)を加えて正確に  
48 20mLとする。この液20μLから得たムピロシンのピ  
49 ーク面積が、標準溶液のムピロシンのピーク面積の4  
50 ~6%になることを確認する。

51 システムの再現性 : 標準溶液20μLにつき、上記の条件

52 で試験を6回繰り返すとき、ムピロシンのピーク面積  
53 の相対標準偏差は2.0%以下である。

54 定量法 本品の「ムピロシンカルシウム水和物」約2mg(力価)  
55 に対応する量を精密に量り、薄めたテトラヒドロフラン(3→  
56 4)10mLを正確に加え、激しく振り混ぜる。この液にpH4.0  
57 の0.1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液10mLを正確に加え  
58 て激しく振り混ぜ、ガラスウール製ろ紙を用いてろ過し、ろ  
59 液を試料溶液とする。別にムピロシンリチウム標準品約  
60 20mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH4.0の0.1mol/L  
61 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/薄めたテトラヒドロフラン(3  
62 →4)混液(1:1)に溶かして正確に200mLとし、標準溶液とす  
63 る。以下「ムピロシンカルシウム水和物」の定量法を準用す  
64 る。

65 ムピロシン(C<sub>26</sub>H<sub>44</sub>O<sub>9</sub>)の量[mg(力価)]

66 =  $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 10$

67  $M_S$  : ムピロシンリチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

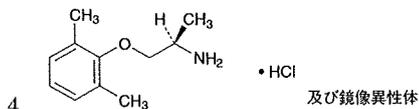
68 貯法 容器 気密容器。

1 メキシレチン塩酸塩

1 メキシレチン塩酸塩

2 Mexiletine Hydrochloride

3 塩酸メキシレチン



5 C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl : 215.72

6 (1*RS*)-2-(2,6-Dimethylphenoxy)-1-methylethylamine

7 monohydrochloride

8 [5370-01-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メキシレチン塩酸塩  
10 (C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl)98.0~102.0%を含む。

11 性状 本品は白色の粉末である。

12 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく、アセトニトリ  
13 ルに溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき、紫  
17 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメキシレチン  
19 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  
20 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
21 の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
24 本品の参照スペクトル又は乾燥したメキシレチン塩酸塩標準  
25 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  
26 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  
27 ペクトルに差を認めるときは、本品をエタノール(95)から再  
28 結晶し、結晶をろ取し、乾燥したものにつき、同様の試験を  
29 行う。

30 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
31 を呈する。

32 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは3.8~  
33 5.8である。

34 融点(2.60) 200~204°C

35 純度試験

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

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

41 (3) 類縁物質 本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料  
42 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
43 確に250mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
44 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
45 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク  
46 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得たメ  
47 キシレチンのピーク以外のピークのピーク面積は、標準溶  
48 液から得たピークのピーク面積より大きくない。

49 操作条件

50 検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラム  
51 の選定は、定量法の操作条件を準用する。

52 検出感度：標準溶液20μLから得たメキシレチンのピー  
53 ク高さが5~10mmになるように調整する。

54 面積測定範囲：メキシレチンの保持時間の約3倍の範囲、  
55 ただし、溶媒のピークは除く。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品及びメキシレチン塩酸塩標準品を乾燥し、その約  
59 20mgずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確  
60 に20mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに  
61 内標準溶液5mLを正確に加えた後、移動相を加えて100mL  
62 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  
63 20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
64 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメキシレ  
65 チンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

66 メキシレチン塩酸塩(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl)の量(mg)  
67 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

68 M<sub>S</sub> : メキシレチン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

69 内標準溶液 塩酸フェネチルアミンの移動相溶液(3→  
70 5000)

71 操作条件

72 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

73 カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に約  
74 7μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化  
75 シリカゲルを充てんする。

76 カラム温度：30°C付近の一定温度

77 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.5g及びリン酸二水素  
78 ナトリウム二水和物3gを水600mLに溶かし、アセト  
79 ニトリル420mLを加える。

80 流量：メキシレチンの保持時間が約6分になるように調  
81 整する。

82 カラムの選定：標準溶液20μLにつき、上記の条件で操  
83 作するとき、内標準物質、メキシレチンの順に溶出し、  
84 その分離度が9以上のものを用いる。

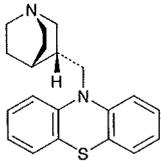
85 貯法

86 保存条件 遮光して保存する。

87 容器 気密容器。

1 メキタジン

2 Mequitazine



3 及び鏡像異性体

4  $C_{20}H_{22}N_2S$  : 322.47

5 10-[(3*RS*)-1-Azabicyclo[2.2.2]oct-3-ylmethyl]-10*H*-

6 phenothiazine

7 [29216-28-2]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メキタジン  
9 ( $C_{20}H_{22}N_2S$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は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、水にほとんど溶けない。

12 本品のメタノール溶液(1→50)は旋光性を示さない。

13 本品は光によって徐々に着色する。

14 確認試験

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

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

24 融点(2.60) 146~150°C

25 純度試験

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

29 (2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて  
30 行う。本品0.05gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とす  
31 る。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に  
32 50mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノールを加え  
33 て正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
34 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
35 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  
36 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。  
37 次に酢酸エチル/メタノール/ジエチルアミン混液(7:2:  
38 2)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。  
39 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
40 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  
41 得たスポットより濃くない。

42 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
43 3時間)。

44 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

46 定量法 本品約0.25gを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、  
47 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
48 方法で空試験を行い、補正する。

49 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.25mg  $C_{20}H_{22}N_2S$

50 貯法

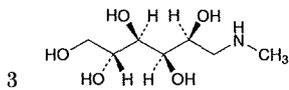
51 保存条件 遮光して保存する。

52 容器 気密容器。

1 メグルミン

1 メグルミン

2 Meglumine



4  $C_7H_{17}NO_5$  : 195.21

5 1-Deoxy-1-methylamino-D-glucitol

6 [6284-40-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メグルミン  
8 ( $C_7H_{17}NO_5$ )99.0%以上を含む。

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

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

13 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは11.0~12.0である。

14 確認試験

15 (1) 本品の水溶液(1→10)1mLに1,2-ナフトキノノン-4-  
16 スルホン酸カリウム試液1mLを加えるとき、液は濃赤色を  
17 呈する。

18 (2) 本品の水溶液(1→10)2mLにメチルレッド試液1滴を  
19 加え、0.5mol/L硫酸試液で中和した後、希水酸化ナトリウ  
20 ム試液0.5mL及びピロウ酸0.5gを加えるとき、液は濃赤色を呈  
21 する。

22 (3) 本品0.5gを薄めた塩酸(1→3)1mLに溶かし、エタノール  
23 (99.5)10mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。次に容  
24 器の内壁をガラス棒でこすりながら氷冷して更に沈殿を析出  
25 させ、ガラスろ過器(G3)を用いて吸引ろ過し、エタノール  
26 (99.5)少量で洗った後、105°Cで1時間乾燥するとき、その融  
27 点(2.60)は149~152°Cである。

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -16.0~-17.0°(乾燥後, 1g, 水,  
29 10mL, 100mm)。

30 融点(2.60) 128~131°C

31 純度試験

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

34 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gを水30mLに溶かし、希硝酸  
35 10mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験  
36 を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.009%  
37 以下)。

38 (3) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gを水30mLに溶かし、希塩酸  
39 5mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
40 行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.019%  
41 以下)。

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

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

47 (6) 還元性物質 本品の水溶液(1→20)5mLにフェーリン  
48 グ試液5mLを加え、2分間煮沸するとき、赤褐色の沈殿を生  
49 じない。

50 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)。

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、水25mLに

53 溶かし、0.1mol/L塩酸で滴定(2.50)する(指示薬:メチルレ  
54 ッド試液2滴)。

55 0.1mol/L塩酸1mL=19.52mg  $C_7H_{17}NO_5$

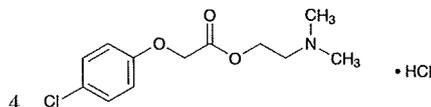
56 貯法 容器 気密容器。

1 メクロフェノキサート塩酸塩

1 メクロフェノキサート塩酸塩

2 Meclofenoxate Hydrochloride

3 塩酸メクロフェノキサート



5  $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$  : 294.17

6 2-(Dimethylamino)ethyl(4-chlorophenoxy)acetate

7 monohydrochloride

8 [3685-84-5]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メクロフェ  
10 ノキサート塩酸塩( $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異な  
12 においがあり、味は苦い。

13 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく、無水酢酸にや  
14 や溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは3.5~4.5である。

16 確認試験

17 (1) 本品0.01gにエタノール(95)2mLを加え、必要ならば  
18 加温して溶かし、冷後、塩酸ヒドロキシアンモニウムの飽和  
19 エタノール(95)溶液2滴及び水酸化カリウムの飽和エタノール  
20 (95)溶液2滴を加え、水浴中で2分間加熱する。冷後、希塩  
21 酸を加えて弱酸性とし、塩化鉄(III)試液3滴を加えるとき、  
22 液は赤紫色~暗紫色を呈する。

23 (2) 本品0.05gを水5mLに溶かし、ライネック塩試液2滴  
24 を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

25 (3) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
26 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
27 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
28 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (4) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(1.09)を  
30 呈する。

31 融点(2.60) 139~143°C

32 純度試験

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

35 (2) 硫酸塩(1.14) 本品1.0gをとり、試験を行う。比較  
36 液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.048%以下)。

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

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

42 (5) 有機酸 本品2.0gをとり、ジエチルエーテル50mLを  
43 加え、10分間振り混ぜた後、ガラスろ過器(G3)を用いてろ  
44 過し、残留物はジエチルエーテル5mLずつで2回洗い、洗液  
45 は先のろ液に合わせる。この液に中和エタノール50mL及び  
46 フェノールフタレイン試液5滴を加え、0.1mol/L水酸化ナト  
47 リウム液で中和するとき、その消費量は0.54mL以下である。

48 水分(2.48) 0.50%以下(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

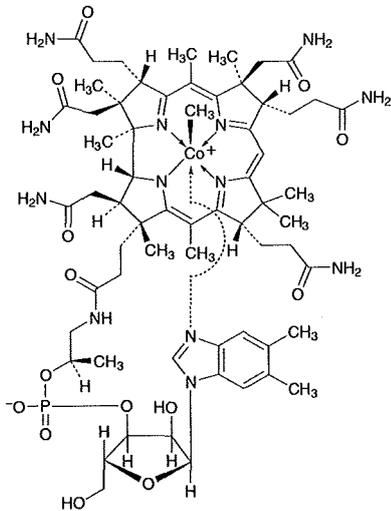
50 定量法 本品約0.4gを精密に量り、無水酢酸70mLに溶かし、  
51 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬：マラカイトグ  
52 リーンシュウ酸塩の酢酸(100)溶液(1→100)3滴)。ただし、  
53 滴定の終点は液の青緑色が黄緑色を経て微帯緑黄色に変わる  
54 ときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.42mg  $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$

56 貯法 容器 気密容器。

## 1 メコバラミン

## 2 Mecobalamin



3

4  $C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$  : 1344.385  $Co\alpha$ -[ $\alpha$ -(5,6-Dimethyl-1*H*-benzimidazol-1-yl)]- $Co\beta$ -  
6 methylcobamide

7 [13422-55-4]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メコバラミ  
9 ン( $C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は暗赤色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、  
12 アセトニトリルにほとんど溶けない。

13 本品は光によって変化する。

## 14 確認試験

15 (1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品  
16 のpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液溶液(1→20000)につき、  
17 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル1又はメコバラ  
19 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  
20 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様  
21 の強度の吸収を認める。また、本品のpH7.0のリン酸塩緩衝  
22 液溶液(1→20000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
23 より吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参  
24 照スペクトル2又はメコバラミン標準品について同様に操作  
25 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  
26 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品1mgに硫酸水素カリウム0.05gを混ぜ、強熱して  
28 融解する。冷後、融解物をガラス棒で碎き、水3mLを加え、  
29 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、  
30 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  
31 酸ナトリウム0.5g、希酢酸0.5mL及び1-ニトロソ-2-ナフ  
32 トール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→  
33 500)0.5mLを加えるとき、液は直ちに赤色~だいたい赤色を  
34 呈し、塩酸0.5mLを追加し、1分間煮沸しても液の赤色は消  
35 えない。

## 36 純度試験

37 (1) 溶状 本品20mgを水10mLに溶かすとき、液は赤色

38 澄明である。

39 (2) 類縁物質 定量法で得られた試料溶液10 $\mu$ Lにつき、  
40 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
41 う。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  
42 るとき、メコバラミン以外の各々のピーク面積はメコバラミ  
43 ンのピーク面積の0.5%以下であり、その合計面積は2.0%以  
44 下である。

## 45 試験条件

46 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法  
47 の試験条件を準用する。48 面積測定範囲：メコバラミンの保持時間の約2.5倍の範  
49 囲

## 50 システム適合性

51 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

52 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
53 えて正確に100mLとし、システム適合性試験用溶液  
54 とする。システム適合性試験用溶液1mLを正確に量  
55 り、移動相を加えて正確に10mLとする。この液  
56 10 $\mu$ Lから得たメコバラミンのピーク面積が、システ  
57 ム適合性試験用溶液のメコバラミンのピーク面積の7  
58 ~13%になることを確認する。

59 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 $\mu$ Lに  
60 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メコバ  
61 ラミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下であ  
62 る。

63 水分(2.48) 12%以下(0.1g、容量滴定法、直接滴定)。

64 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  
65 及びメコバラミン標準品(別途本品と同様の方法で水分  
66 (2.48)を測定しておく)約50mgずつを精密に量り、それぞ  
67 れを移動相に溶かし、正確に50mLとし、試料溶液及び標準  
68 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、  
69 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
70 い、それぞれの液のメコバラミンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を  
71 測定する。

72 メコバラミン( $C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$ )の量(mg)= $M_S \times A_T / A_S$ 73  $M_S$ ：脱水物に換算したメコバラミン標準品の秤取量(mg)

## 74 試験条件

75 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：266nm)

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

79 カラム温度：40℃付近の一定温度

80 移動相：アセトニトリル200mLにpH3.5の0.02mol/Lリ  
81 ン酸塩緩衝液800mLを加え、更に1-ヘキサンスルホ  
82 ン酸ナトリウム3.76gを加えて溶かす。83 流量：メコバラミンの保持時間が約12分になるよう  
84 に調整する。

## 85 システム適合性

86 システムの性能：シアノコバラミン及び酢酸ヒドロキシ  
87 コバラミン5mgずつを移動相に溶かし、100mLとす  
88 る。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、  
89 シアノコバラミン、ヒドロキシコバラミンの順に溶出

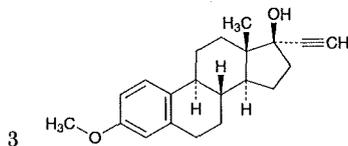
## 2 メコバラミン

- 90 し、その分離度は3以上である。また、標準溶液10 $\mu$ L  
91 につき、上記の条件で操作するとき、メコバラミンの  
92 ピークの理論段数は6000段以上である。  
93 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
94 で試験を6回繰り返すとき、メコバラミンのピーク面  
95 積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 96 貯法
- 97 保存条件 遮光して保存する。
- 98 容器 気密容器。

1 メストラノール

1 メストラノール

2 Mestranol



4  $C_{21}H_{26}O_2$  : 310.43

5 3-Methoxy-19-nor-17 $\alpha$ -pregna-1,3,5(10)-trien-20-yn-17-ol

6 [72-33-3]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メストラノール  
8 ( $C_{21}H_{26}O_2$ )97.0~102.0%を含む。

9 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。  
10 本品はクロロホルムに溶けやすく、1,4-ジオキササンにや  
11 や溶けやすく、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにや  
12 や溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 確認試験

14 (1) 本品2mgを硫酸/エタノール(99.5)混液(2:1)1mLに  
15 溶かすとき、液は赤紫色を呈し、黄緑色の蛍光を発する。

16 (2) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき、紫外  
17 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメストラノール  
19 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較  
20 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  
21 度の吸収を認める。

22 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
24 本品の参照スペクトル又は乾燥したメストラノール標準品の  
25 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  
26 ところに同様の強度の吸収を認める。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +2~+8°(乾燥後, 0.2g, 1,4-ジオ  
28 キサン, 10mL, 100mm)。

29 融点(2.60) 148~154°C

30 純度試験

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

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

36 (3) 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム20mLに溶かし、  
37 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
38 を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液  
39 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
40 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
41 用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に  
42 クロロホルム/エタノール(99.5)混液(29:1)を展開溶媒とし  
43 て約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫  
44 酸(1→5)を均等に噴霧した後、105°Cで15分間加熱するとき、  
45 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  
46 ら得たスポットより濃くない。

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

48 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

49 定量法 本品及びメストラノール標準品を乾燥し、その約  
50 10mgずつを精密に量り、それぞれをエタノール(99.5)に溶  
51 かし、正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
52 試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
53 (2.24)により試験を行い、波長279nmにおける吸光度 $A_T$ 及  
54 び $A_S$ を測定する。

55 メストラノール( $C_{21}H_{26}O_2$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

56  $M_S$  : メストラノール標準品の秤取量(mg)

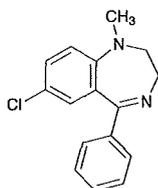
57 貯法

58 保存条件 遮光して保存する。

59 容器 気密容器。

## 1 メダゼパム

## 2 Medazepam



3

4  $C_{16}H_{15}ClN_2$  : 270.76

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

6 benzodiazepine

7 [2898-12-6]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メダゼパム  
9 ( $C_{16}H_{15}ClN_2$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール、エタノール(99.5)、酢酸(100)又はジエ  
12 チルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 本品は光によって徐々に黄色に着色する。

## 14 確認試験

15 (1) 本品10mgをクエン酸・酢酸試液3mLに溶かすとき、  
16 液は濃だいたい色を呈し、水浴中で3分間加熱するとき、暗  
17 赤色に変わる。

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

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

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

29 融点(2.60) 101~104°C

## 30 純度試験

31 (1) 溶状 本品1.0gをメタノール10mLに溶かすとき、液  
32 は淡黄色~黄色澄明である。

33 (2) 塩化物(1.03) 本品1.5gをジエチルエーテル50mLに  
34 溶かし、水46mL及び炭酸ナトリウム試液4mLを加えて振り  
35 混ぜ、水層を分取してジエチルエーテル20mLずつで2回洗  
36 った後、水層をろ過する。ろ液20mLをとり、希硝酸を加え  
37 て中和し、更に希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。こ  
38 れを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸  
39 0.30mLを加える(0.018%以下)。

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

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

45 (5) 類縁物質 本品0.25gをメタノール10mLに溶かし、  
46 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを

47 加えて正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、メタ  
48 ノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これら  
49 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
50 行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラ  
51 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  
52 スポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/アンモニア  
53 水(28)混液(60:40:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
54 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
55 とき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準  
56 溶液から得たスポットより濃くない。

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

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

59 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
60 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
61 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

62 0.1mol/L過塩素酸1mL=27.08mg  $C_{16}H_{15}ClN_2$ 

## 63 貯法

64 保存条件 遮光して保存する。

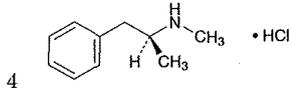
65 容器 気密容器。

1 メタンフェタミン塩酸塩

1 **メタンフェタミン塩酸塩**

2 Methamphetamine Hydrochloride

3 塩酸メタンフェタミン



5  $C_{10}H_{15}N \cdot HCl$  : 185.69

6 (2S)-N-Methyl-1-phenylpropan-2-amine

7 monohydrochloride

8 [51-57-0]

49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 気密容器。

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メタンフェタミン塩  
10 酸塩( $C_{10}H_{15}N \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

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

13 本品は水、エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく、  
14 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0~6.0である。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100)5mLにヘキサクロロ白金(IV)酸  
18 試液0.5mLを加えるとき、だいたい黄色の結晶性の沈殿を生  
19 じる。

20 (2) 本品の水溶液(1→100)5mLにヨウ素試液0.5mLを加え  
21 るとき、褐色の沈殿を生じる。

22 (3) 本品の水溶液(1→100)5mLに2,4,6-トリニトロフェ  
23 ノール試液0.5mLを加えるとき、黄色の結晶性の沈殿を生じ  
24 る。

25 (4) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
26 する。

27 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +16~+19°(乾燥後, 0.2g, 水,  
28 10mL, 100mm).

29 融点(2.60) 171~175°C

30 純度試験

31 (1) 酸又はアルカリ 本品2.0gを新たに煮沸して冷却した  
32 水40mLに溶かし、メチルレッド試液2滴を加え、試料溶液  
33 とする。

34 (i) 試料溶液20mLに0.01mol/L硫酸0.20mLを加えるとき、  
35 液の色は赤色である。

36 (ii) 試料溶液20mLに0.02mol/L水酸化ナトリウム液  
37 0.20mLを加えるとき、液の色は黄色である。

38 (2) 硫酸塩 本品0.05gを水40mLに溶かし、希硫酸1mL  
39 及び塩化バリウム試液1mLを加え、10分間放置するとき、  
40 液は変化しない。

41 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

42 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

43 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、無水酢酸/  
44 酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴  
45 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
46 補正する。

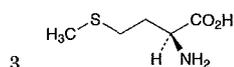
47 0.1mol/L過塩素酸1mL=18.57mg  $C_{10}H_{15}N \cdot HCl$

48 貯法

## 1 L-メチオニン

### 1 L-メチオニン

#### 2 L-Methionine



4  $C_5H_{11}NO_2S$  : 149.21

5 (2S)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid

6 [63-68-3]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-メチオニン  
8 ( $C_5H_{11}NO_2S$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいが  
10 ある。

11 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール  
12 (95)に極めて溶けにくい。

13 本品は希塩酸に溶ける。

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

18 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +21.0~+25.0°(乾燥後, 0.5g,  
19 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

20 pH (2.54) 本品0.5gを水20mLに溶かした液のpHは5.2~  
21 6.2である。

#### 22 純度試験

23 (1) 溶状 本品0.5gを水20mLに溶かすとき、液は無色澄  
24 明である。

25 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gを水20mLに溶かし、希硝酸  
26 6mL及び水を加えて40mLとする。これを検液とし、試験を  
27 行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.30mLに希硝酸6mL及び水  
28 を加えて40mLとする。ただし、検液及び比較液には硝酸銀  
29 試液10mLずつを加える(0.021%以下)。

30 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

34 (5) 重金属 (1.07) 本品1.0gに水40mL及び希酢酸2mLを  
35 加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて50mLとする。こ  
36 れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希酢  
37 酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

38 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.0gを100mLの分解フラスコに入  
39 れ、硝酸5mL及び硫酸2mLを加え、フラスコの口に小漏斗  
40 をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸  
41 2mLずつを2回加えて加熱し、更に過酸化水素(30)2mLずつ  
42 を数回加えて液が無色~微黄色となるまで加熱する。冷後、  
43 シュウ酸アンモニウム飽和溶液2mLを加え、再び白煙が発  
44 生するまで加熱する。冷後、水を加えて5mLとし、これを  
45 検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

46 (7) 類縁物質 本品0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液  
47 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
48 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
49 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
50 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液

51 5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調  
52 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  
53 /水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展  
54 開した後、薄層板を80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒ  
55 ドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで  
56 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  
57 ポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

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

59 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、ギ酸3mL  
61 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
62 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
63 補正する。

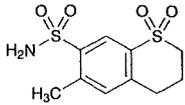
64 0.1mol/L過塩素酸1mL=14.92mg  $C_5H_{11}NO_2S$

65 貯法 容器 気密容器。

1 メチクラン

1 メチクラン

2 Meticrane



3  
4 C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>4</sub>S<sub>2</sub> : 275.34

5 6-Methylthiochromane-7-sulfonamide 1,1-dioxide

6 [1084-65-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メチクラン  
8 (C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>4</sub>S<sub>2</sub>)98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセト  
11 ニトリル又はメタノールに溶けにくく、エタノール(95)に極  
12 めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 融点：約234℃(分解)。

14 確認試験

15 (1) 本品のメタノール溶液(3→10000)につき、紫外可視  
16 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
17 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
18 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
19 る。

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

24 純度試験

25 (1) アンモニウム(1.02) 本品0.10gをとり、試験を行う。  
26 比較液にはアンモニウム標準液3.0mLを用いる(0.03%以下)。

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

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

32 (4) 類縁物質 本品50mgをアセトニトリル50mLに溶か  
33 す。この液5mLを量り、移動相を加えて25mLとし、試料溶  
34 液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確  
35 に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
36 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
37 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
38 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のメチク  
39 ラン以外のピークの合計面積は、標準溶液のメチクランのピー  
40 ク面積より大きくない。

41 試験条件1

42 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230nm)

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

46 カラム温度：40℃付近の一定温度

47 移動相：水/アセトニトリル混液(17：3)

48 流量：メチクランの保持時間が約7分になるように調整

49 する。

50 面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持  
51 時間の約4倍の範囲

52 システム適合性1

53 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
54 えて正確に20mLとする。この液10μLから得たメチ  
55 クランのピーク面積が、標準溶液のメチクランのピー  
56 ク面積の7~13%になることを確認する。

57 システムの性能：本品及びカフェイン0.01gずつをアセ  
58 トニトリル100mLに溶かす。この液2mLを正確に量  
59 り、移動相を加えて正確に10mLとした液10μLにつ  
60 き、試験条件1で操作するとき、カフェイン、メチク  
61 ランの順に溶出し、その分離度は10以上である。

62 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、試験条件1で  
63 試験を6回繰り返すとき、メチクランのピーク面積の  
64 相対標準偏差は2.0%以下である。

65 試験条件2

66 検出器、カラム及びカラム温度は試験条件1を準用する。  
67 移動相：水/アセトニトリル混液(1：1)

68 流量：メチクランの保持時間が約2分になるように調整  
69 する。

70 面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持  
71 時間の約10倍の範囲

72 システム適合性2

73 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相を加  
74 えて正確に20mLとする。この液10μLから得たメチ  
75 クランのピーク面積が、標準溶液のメチクランのピー  
76 ク面積の7~13%になることを確認する。

77 システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸メチル  
78 0.02gずつをアセトニトリル100mLに溶かす。この液  
79 2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に10mLとし  
80 た液10μLにつき、試験条件2で操作するとき、メチク  
81 ラン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その  
82 分離度は4以上である。

83 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、試験条件2で  
84 試験を6回繰り返すとき、メチクランのピーク面積の  
85 相対標準偏差は2.0%以下である。

86 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

87 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

88 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
89 チルホルムアミド50mLに溶かし、水5mLを加え、0.1mol/L  
90 水酸化カリウム・エタノール液で滴定(2.50)する(電位差滴  
91 定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

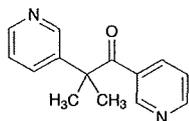
92 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL  
93 =27.54mg C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>4</sub>S<sub>2</sub>

94 貯法 容器 密閉容器。

# 1 メチラポン

## 1 メチラポン

### 2 Metyrapone



3

4  $C_{14}H_{14}N_2O$  : 226.27

5 2-Methyl-1,2-di(pyridin-3-yl)propan-1-one

6 [54-36-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メチラポン  
8 ( $C_{14}H_{14}N_2O$ )98.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、特異なおいが  
10 あり、味は苦い。

11 本品はメタノール、エタノール(95)、無水酢酸、クロロホルム、ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく、水にやや溶けにくい。

14 本品は0.5mol/L硫酸試液に溶ける。

#### 15 確認試験

16 (1) 本品5mgに1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン0.01g  
17 を混ぜ、5～6秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化  
18 カリウム・エタノール試液4mLを加えるとき、液は暗赤色  
19 を呈する。

20 (2) 本品の0.5mol/L硫酸試液溶液(1→100000)につき、紫  
21 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
23 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
24 認める。

25 融点(2.60) 50～54℃

#### 26 純度試験

27 (1) 溶状 本品0.5gをメタノール5mLに溶かすとき、液  
28 は無色～微黄色澄明である。

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

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

34 (4) 類縁物質 本品0.25gをメタノール5mLに溶かし、試  
35 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
36 えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノ  
37 ールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの  
38 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
39 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  
40 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  
41 ットする。次にクロロホルム/メタノール混液(15:1)を展  
42 開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を温風で約15分間  
43 乾燥する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
44 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  
45 得たスポットより濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 24時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、ニトロベン

49 ゼン10mL及び無水酢酸40mLを加えて溶かし、0.1mol/L過  
50 塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試  
51 験を行い、補正する。

52 0.1mol/L過塩素酸1mL=11.31mg  $C_{14}H_{14}N_2O$

#### 53 貯法

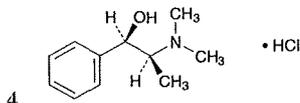
54 保存条件 遮光して保存する。

55 容器 気密容器。

1 dl-メチルエフェドリン塩酸塩

2 dl-Methylephedrine Hydrochloride

3 dl-塩酸メチルエフェドリン



5 C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl : 215.72

6 (1*RS*,2*SR*)-2-Dimethylamino-1-phenylpropan-1-ol

7 monohydrochloride

8 [18760-80-0]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、dl-メチルエフェドリン塩酸塩(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl)99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、酢酸(100)に溶けにくく、無水酢酸にほとんど溶けない。

14 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→2000)につき、紫外可視吸光度測定法(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。

20 (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長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

26 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.5~6.0である。

28 融点(2.60) 207~211℃

29 純度試験

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

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

35 (3) 類縁物質 本品50mgを水20mL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、試料溶液のメチルエフェドリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積より大きくない。

43 試験条件

44 検出器：紫外吸光度計(測定波長：257nm)

46 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。

48 カラム温度：40℃付近の一定温度

49 移動相：リン酸二水素カリウム13.6g及び1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム3gを水1000mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.5に調整する。この液900mLにアセトニトリル200mLを加える。

53 流量：メチルエフェドリンの保持時間が約10分になるように調整する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチルエフェドリンの保持時間の約2倍の範囲

57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとする。この液20μLから得たメチルエフェドリンのピーク面積が、標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積の7~13%になることを確認する。

62 システムの性能：本品50mg及びパラオキシ安息香酸メチル0.4mgを水50mLに溶かす。この液20μLにつき、上記の条件で操作するとき、メチルエフェドリン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は3以上である。

67 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メチルエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 3時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

72 定量法 本品を乾燥し、その約0.4g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。

76 0.1mol/L過塩素酸1mL=21.57mg C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl

77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 密閉容器。

1 dl-メチルエフェドリン塩酸塩散10%

1 dl-メチルエフェドリン塩酸塩散10%

2 10% dl-Methylephedrine Hydrochloride Powder

3 dl-塩酸メチルエフェドリン散

4 dl-塩酸メチルエフェドリン散10%

5 本品は定量するとき、dl-メチルエフェドリン塩酸塩  
6 (C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl : 215.72)9.3~10.7%を含む。

7 製法

dl-メチルエフェドリン塩酸塩	100g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000g

8 以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する。

9 確認試験 本品0.5gに水100mLを加え，20分間激しく振り混  
10 ぜた後，必要ならば過する。この液につき，紫外可視吸光  
11 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき，波  
12 長250~253nm，255~259nm及び261~264nmに吸収の極  
13 大を示す。

14 定量法 本品約0.5gを精密に量り，内標準溶液4mLを正確に  
15 加え，更に水25mLを加え，20分間激しく振り混ぜて溶かし  
16 た後，水を加えて50mLとし，必要ならば孔径0.45µmのメ  
17 ンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10mLを除き，次  
18 のろ液を試料溶液とする。別に定量用dl-塩酸メチルエフェ  
19 ドリンを105°Cで3時間乾燥し，その約50mgを精密に量り，  
20 内標準溶液4mLを正確に加え，更に水を加えて溶かし，  
21 50mLとし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20µL  
22 につき，次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
23 試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェ  
24 ドリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

25 dl-メチルエフェドリン塩酸塩(C<sub>11</sub>H<sub>17</sub>NO · HCl)の量(mg)  
26  $= M_S \times Q_T / Q_S$

27  $M_S$  : 定量用dl-塩酸メチルエフェドリンの秤取量(mg)

28 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  
29 溶液(1→10000)

30 試験条件

31 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 257nm)

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

35 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

36 移動相 : リン酸二水素カリウム13.6g及び1-ヘプタン  
37 スルホン酸ナトリウム3gを水1000mLに溶かし，リン  
38 酸を加えてpH2.5に調整する。この液900mLにアセ  
39 トニトリル200mLを加える。

40 流量 : メチルエフェドリンの保持時間が約10分になる  
41 ように調整する。

42 システム適合性

43 システムの性能 : 標準溶液20µLにつき，上記の条件で  
44 操作するとき，メチルエフェドリン，内標準物質の順  
45 に溶出し，その分離度は3以上である。

46 システムの再現性 : 標準溶液20µLにつき，上記の条件  
47 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積

48 に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比の相対  
49 標準偏差は1.0%以下である。

50 貯法

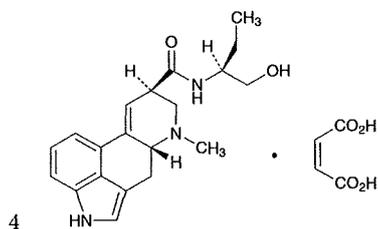
51 保存条件 遮光して保存する。

52 容器 密閉容器。

1 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩

2 Methylelrgometrine Maleate

3 マレイン酸メチルエルゴメトリン



5  $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$  : 455.50

6 (8*S*)-*N*-[(1*S*)-1-(Hydroxymethyl)propyl]-6-methyl-9,10-

7 didehydroergoline-8-carboxamide monomaleate

8 [7054-07-1]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メチルエルゴメトリ  
10 ンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )95.0~105.0%を含む。

11 性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく、  
13 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品は光によって徐々に黄色となる。

15 融点：約190℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→200)は青色の蛍光を発する。

18 (2) 定量法で得た呈色液は深青色を呈し、この液につき、  
19 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
20 し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルエ  
21 ルゴメトリンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得  
22 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  
23 波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (3) 本品の水溶液(1→500)5mLに過マンガン酸カリウム  
25 試液1滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

26 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +44~+50°(乾燥後, 0.1g, 水,  
27 20mL, 100mm)。

28 純度試験 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用  
29 いて行う。本品8mgをエタノール(95)/アンモニア水(28)混  
30 液(9 : 1)2mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正  
31 確に量り、エタノール(95)/アンモニア水(28)混液(9 : 1)を  
32 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
33 つき、直ちに薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を  
34 行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラ  
35 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  
36 スポットし、直ちにクロロホルム/メタノール/水混液  
37 (75 : 25 : 3)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
38 風乾する。これに紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試  
39 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  
40 得たスポットより濃くない。

41 乾燥減量 (2.41) 2.0%以下(0.2g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
42 間)。

43 定量法 本品及びメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品を  
44 乾燥し、その約10mgずつを精密に量り、水に溶かし、正確  
45 に250mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及

46 び標準溶液2mLずつを正確に量り、それぞれを褐色の共栓  
47 試験管にとり、氷冷しながら4-ジメチルアミノベンズアル  
48 デヒド・塩化鉄(III)試液4mLを正確に加え、45℃で10分間  
49 加温した後、室温で20分間放置する。これらの液につき、  
50 水2.0mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可  
51 視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及び標  
52 準溶液から得たそれぞれの液の波長545nmにおける吸光度  
53  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

54 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )  
55 の量(mg)

56 
$$= M_S \times A_T / A_S$$

57  $M_S$  : メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量  
58 (mg)

59 貯法

60 保存条件 遮光して保存する。

61 容器 気密容器。

## 1 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠

2 Methylergometrine Maleate Tablets

3 マレイン酸メチルエルゴメトリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
5 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$  :  
6 455.50)を含む。

7 製法 本品は「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」をとり、  
8 錠剤の製法により製する。

## 9 確認試験

10 (1) 定量法で得た試料溶液は青色の蛍光を發する。  
11 (2) 定量法で得た呈色液は深青色を呈し、この液につき、  
12 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定  
13 するとき、波長543～547nm及び620～630nmに吸収の極大  
14 を示す。

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

17 本品1個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり、水10mLを加え、  
18 10分間激しく振り混ぜ、崩壊させた後、塩化ナトリウム3g  
19 及びアンモニア水(28)2mLを加える。次にクロロホルム  
20 25mLを正確に加え、10分間激しく振り混ぜた後、5分間遠  
21 心分離して水層を除く。クロロホルム抽出液を分取し、  
22 1mL中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot$   
23  $C_4H_4O_4$ )約5 $\mu$ gを含む液となるようにクロロホルムを加えて  
24 正確にV mLとし、試料溶液とする。別にメチルエルゴメト  
25 リンマレイン酸塩標準品をデシケーター(減圧、酸化リン  
26 (V))で4時間乾燥し、その約1.25mgを精密に量り、水に溶か  
27 し、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、褐色  
28 の共栓遠心沈殿管に入れ、塩化ナトリウム3g及びアンモニ  
29 ア水(28)2mLを加える。次にクロロホルム25mLを正確に加  
30 え、10分間激しく振り混ぜた後、5分間遠心分離して水層を  
31 除き、クロロホルム抽出液を分取し、標準溶液とする。試料  
32 溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り、褐色の共栓遠心  
33 沈殿管に入れ、直ちに希4-ジメチルアミノベンズアルデヒ  
34 ド・塩化鉄(III)試液10mLを正確に加え、5分間激しく振り混  
35 ぜる。この液を5分間遠心分離した後、水層を分取し、1時  
36 間放置する。これらの液につき、希4-ジメチルアミノベン  
37 ズアルデヒド・塩化鉄(III)試液を対照とし、紫外可視吸光度  
38 測定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液か  
39 ら得たそれぞれの液の波長545nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$   
40 を測定する。

41 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )  
42 の量(mg)  
43  $= M_S \times A_T / A_S \times V / 250$

44  $M_S$  : メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量  
45 (mg)

46 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、バドル法により、  
47 毎分100回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
48 70%以上である。

49 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
50 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
51 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正

52 確に量り、表示量に従い1mL中にメチルエルゴメトリンマ  
53 レイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )約0.13 $\mu$ gを含む液となる  
54 ように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別  
55 にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター  
56 (減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約25mgを精密に  
57 量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正  
58 確に量り、水を加えて正確に100mLとし、この液1mLを正  
59 確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
60 試料溶液及び標準溶液につき、直ちに蛍光光度法 (2.22) に  
61 より試験を行い、励起波長338nm、蛍光波長427nmにおけ  
62 る蛍光の強さ $F_T$ 及び $F_S$ を測定する。

63 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )  
64 の表示量に対する溶出率(%)  
65  $= M_S \times F_T / F_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 20$

66  $M_S$  : メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量  
67 (mg)

68 C : 1錠中のメチルエルゴメトリンマレイン酸塩  
69 ( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量(mg)

70 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
71 とする。メチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot$   
72  $C_4H_4O_4$ )約0.3mgに対応する量を精密に量り、褐色の分液漏  
73 斗に入れ、炭酸水素ナトリウム溶液(1→20)15mLを加え、  
74 クロロホルム20mLずつで4回抽出する。抽出液は別の乾燥  
75 した褐色の分液漏斗に、あらかじめクロロホルムで潤した脱  
76 脂綿を用いて順次ろ過し、全ろ液を合わせ試料溶液とする。  
77 別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター  
78 (シリカゲル)で4時間乾燥し、その約10mgを精密に量り、  
79 水に溶かし、正確に100mLとする。この液3mLを正確に量  
80 り、褐色の分液漏斗に入れ、試料溶液の調製と同様に操作し、  
81 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液の全量に、希4-ジ  
82 メチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(III)試液25mLずつ  
83 を正確に加え、5分間激しく振り混ぜ、30分間放置する。水  
84 層を分取し、遠心分離した後1時間放置する。これらの液に  
85 つき、希4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(III)  
86 試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験  
87 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  
88 545nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

89 メチルエルゴメトリンマレイン酸塩( $C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$ )  
90 の量(mg)  
91  $= M_S \times A_T / A_S \times 3 / 100$

92  $M_S$  : メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量  
93 (mg)

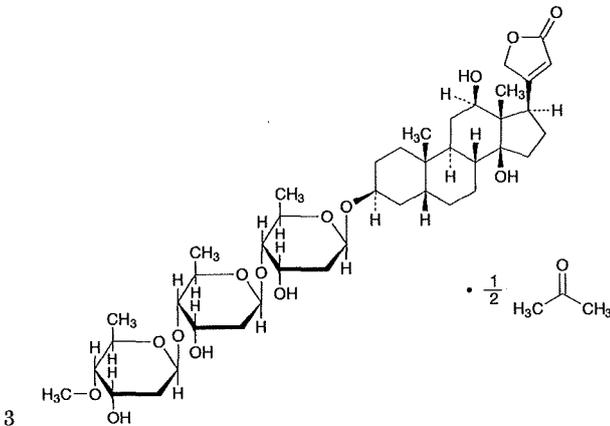
## 94 貯法

95 保存条件 遮光して保存する。

96 容器 密閉容器。

## 1 メチルジゴキシン

## 2 Metildigoxin



4  $C_{42}H_{66}O_{14} \cdot \frac{1}{2}C_3H_6O$  : 824.00

5 3 $\beta$ -[2,6-Dideoxy-4-O-methyl- $\beta$ -D-ribo-hexopyranosyl-

6 (1 $\rightarrow$ 4)-2,6-dideoxy- $\beta$ -D-ribo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-

7 2,6-dideoxy- $\beta$ -D-ribo-hexopyranosyloxy]-12 $\beta$ ,14-

8 dihydroxy-5 $\beta$ -card-20(22)-enolide-acetone(2/1)

9 [30685-43-9, アセトン相していないもの]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メチルジゴ  
11 キシン( $C_{42}H_{66}O_{14} \cdot \frac{1}{2}C_3H_6O$ )96.0~103.0%を含む。

12 性状 本品は白色~淡黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミド、ピリジン又は酢酸  
14 (100)に溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、メタ  
15 ノールにやや溶けにくく、エタノール(95)又はアセトンに溶  
16 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  
17 んど溶けない。

## 18 確認試験

19 (1) 本品2mgを酢酸(100)2mLに溶かし、塩化鉄(III)試液1  
20 滴を加えてよく振り混ぜた後、硫酸2mLを穏やかに加えて  
21 二層とするとき、境界面は褐色を呈する。また、酢酸層は  
22 徐々に濃青色を呈する。

23 (2) 本品2mgを1,3-ジニトロベンゼン試液2mLに溶かし、  
24 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  
25 液(1 $\rightarrow$ 200)2mLを加えて振り混ぜるとき、液は徐々に紫色  
26 を呈し、次に青紫色となる。

27 (3) 本品のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 50000)につき、紫外可視  
28 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
29 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン  
30 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  
31 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  
32 の吸収を認める。

33 (4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
34 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
35 品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品のスペクト  
36 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  
37 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  
38 を認めるときは、本品及びメチルジゴキシン標準品をそれぞ  
39 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、

40 同様の試験を行う。

41 旋光度(2.49)  $[\alpha]_{5461}^{20}$  : +22.0~+25.5°(脱水物に換算した  
42 もの1g, ピリジン, 10mL, 100mm)。

## 43 純度試験

44 (1) ヒ素(1.11) 本品0.5gをとり、第3法により検液を調  
45 製し、試験を行う(4ppm以下)。

46 (2) 類縁物質 本品10mgをクロロホルム10mLに溶かし、  
47 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
48 を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液に  
49 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。

50 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
51 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  
52 2-ブタノン/クロロホルム混液(3:1)を展開溶媒として約  
53 15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等  
54 に噴霧し、110°Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た  
55 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  
56 り濃くない。

57 アセトン 本品約0.1gを精密に量り、内標準溶液2mLを正確  
58 に加えて溶かし、更に*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて  
59 10mLとし、試料溶液とする。別に*N,N*-ジメチルホルムア  
60 ミド約10mLを入れた50mLのメスフラスコを用い、アセト  
61 ン約0.4gを精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加え  
62 て50mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液  
63 20mLを正確に加え、更に*N,N*-ジメチルホルムアミドを加  
64 えて100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1  
65  $\mu$ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)によ  
66 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  
67 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  
68 2.0~5.0%である。

69 アセトンの量(%) =  $M_S / M_T \times Q_T / Q_S$

70  $M_S$  : アセトンの秤取量(g)

71  $M_T$  : 本品の秤取量(g)

72 内標準溶液 *t*-ブチルアルコールの*N,N*-ジメチルホル  
73 ムアミド溶液(1 $\rightarrow$ 2000)

## 74 操作条件

75 検出器 : 水素炎イオン化検出器

76 カラム : 内径約2mm, 長さ1~2mのガラス管に150~  
77 180 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビ  
78 ニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんす  
79 る。

80 カラム温度 : 170~230°Cの一定温度

81 キャリヤーガス : 窒素

82 流量 : アセトンの保持時間が約2分になるように調整す  
83 る。

84 カラムの選定 : 標準溶液1 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作  
85 するとき、アセトン、*t*-ブチルアルコールの順に流  
86 出し、その分離度が2.0以上のものを用いる。

87 水分(2.48) 3.0%以下(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

88 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

89 定量法 本品及びメチルジゴキシン標準品約0.1gずつを精密に  
90 量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に50mLとする。  
91 これらの液5mLずつを正確に量り、それぞれにメタノール

## 2 メチルジゴキシン

92 を加えて正確に100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。  
93 試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り、それぞれに  
94 2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液15mL及び水  
95 酸化ナトリウム試液2mLずつを正確に加えてよく振り混ぜ  
96 た後、メタノールを加えて正確に25mLとし、 $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に  
97 20分間放置する。これらの液につき、2,4,6-トリニトロフ  
98 ェノール・エタノール試液15mL及び水酸化ナトリウム試液  
99 2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に25mLとした  
100 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を  
101 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  
102 495nmにおける吸光度を5分ごとに測定し、それぞれの最大  
103 値 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。

104 メチルジゴキシン( $\text{C}_{42}\text{H}_{66}\text{O}_{14} \cdot \frac{1}{2}\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ )の量(mg)

$$105 = M_S \times A_T / A_S$$

106  $M_S$ : 脱水物に換算したメチルジゴキシン標準品の秤取量  
107 (mg)

108 貯法 容器 気密容器。

## 1 メチルセルロース

2 Methylcellulose

3 Cellulose, methyl ether

4 [9004-67-5]

5 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
6 各条である。

7 なお、三薬局方で調和されていない部分は「<sup>◆</sup>」で囲むことに  
8 より示す。

9 本品はセルロースのメチルエーテルである。

10 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メトキシ基  
11 (—OCH<sub>3</sub>: 31.03)26.0~33.0%を含む。

12 本品はその粘度をミリパスカル秒(mPa·s)の単位で表示す  
13 る。

14 <sup>◆</sup>性状 本品は白色~帯黄白色の粉末又は粒である。

15 本品はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

16 本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁し  
17 た粘稠性のある液となる。<sup>◆</sup>

## 18 確認試験

19 (1) 本品1.0gをビーカーに入れた水100mLの表面に、必  
20 要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら、均一に  
21 分散し、放置するとき、水面上で凝集する。

22 (2) 本品1.0gを熱湯100mLに加え、かき混ぜるとき、懸  
23 濁液となる。この懸濁液を5℃に冷却し、かき混ぜるとき、  
24 澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる。

25 (3) (2)の試験終了後の溶液0.1mLに薄めた硫酸(9→  
26 10)9mLを加えて振り混ぜ、水浴中で正確に3分間加熱した  
27 後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液0.6mLを注  
28 意して加え、振り混ぜて25℃で放置するとき、液は紅色を  
29 呈し、更に100分間放置後も紫色に変化しない。

30 (4) (2)の試験終了後の溶液2~3mLをスライドガラス上に  
31 薄く塗り、水を蒸発させるとき、透明なフィルム膜を形成す  
32 る。

33 (5) 水50mLを正確に量り、(2)の試験終了後の溶液50mL  
34 を正確に加え、かき混ぜながら1分間に2~5℃上昇するよう  
35 に加温する。液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とする  
36 とき、50℃以上である。

## 37 粘度 (2.53)

38 (i) 第1法 本品の表示粘度が600mPa·s未満のものに適用  
39 する。本品の換算した乾燥物4.000gに対応する量を広口瓶  
40 に正確に量り、熱湯を加えて200.0gとし、容器にふたをし  
41 た後、かき混ぜ機を用いて均一な分散液となるまで毎分350  
42 ~450回転で10~20分間かき混ぜる。必要ならば容器の器壁  
43 に付着した試料をかき取り、分散液に加えた後、5℃以下の  
44 水浴中で20~40分間かき混ぜながら溶解する。必要ならば  
45 冷水を加えて200.0gとし、溶液中又は液面に泡を認めると  
46 きは遠心分離などで除き、試料溶液とする。試料溶液につき、  
47 20±0.1℃で粘度測定法第1法により試験を行うとき、表示  
48 粘度の80~120%である。

49 (ii) 第2法 本品の表示粘度が600mPa·s以上のものに適用  
50 する。本品の換算した乾燥物10.00gに対応する量を広口瓶

51 に正確に量り、熱湯を加えて500.0gとし、以下第1法と同様  
52 に操作して試料溶液とする。試料溶液につき、20±0.1℃で  
53 粘度測定法第2法の単一円筒形回転粘度計により、次の条件  
54 で試験を行うとき、表示粘度の75~140%である。

## 55 操作条件

56 装置機種：ブルックフィールド型粘度計LVモデル

57 円筒番号、回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定め  
58 た以下の表に従う。

表示粘度 (mPa·s)	円筒 番号	回転数 /分	換算 乗数
600以上 1400未満	3	60	20
1400以上 3500未満	3	12	100
3500以上 9500未満	4	60	100
9500以上 99500未満	4	6	1000
99500以上	4	3	2000

59 装置の操作：装置を作動させ、2分間回転させてから粘  
60 度計の測定値を読み取り、2分間停止する。同様の操  
61 作を2回繰り返して、3回の測定値を平均する。

62 pH (2.54) 粘度試験の試料溶液を20±2℃とし、5分間放置  
63 した液のpHは5.0~8.0である。

64 純度試験 重金属 本品1.0gを100mLのケルダールフラスコ  
65 にとり、硝酸/硫酸混液(5:4)を試料が十分に潤うまで加え  
66 て穏やかに加熱する。この操作を硝酸/硫酸混液(5:  
67 4)18mLを使用するまで繰り返す。液が黒色に変化するまで  
68 穏やかに煮沸する。冷後、硝酸2mLを加え、液が黒色に変  
69 化するまで再び加熱する。この操作を繰り返して、液が黒色に  
70 変化しなくなった後、濃い白煙を生じるまで強く加熱する。  
71 冷後、水5mLを加え、濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸  
72 し、更に液量が2~3mLになるまで加熱する。冷後、水5mL  
73 を加えたとき、液がなお黄色を呈するときは、過酸化水素  
74 (30)1mLを加え、液量が2~3mLになるまで加熱する。冷後、  
75 水2~3mLを加えて希釈した液をネスラー管に入れ、水を加  
76 えて25mLとし、検液とする。別に鉛標準液2.0mLを100mL  
77 のケルダールフラスコに入れ、硝酸/硫酸混液(5:4)18mL  
78 を加え、更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え、濃い白  
79 煙を生じるまで加熱する。冷後、水10mLを加え、検液の調  
80 製に過酸化水素(30)を用いた場合には、その同量を加え、以  
81 下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較  
82 液にアンモニア水(28)を加え、液のpHを3.0~4.0に調整し、  
83 水を加えて40mLとする。更にそれぞれチオアセトアミド・  
84 グリセリン塩基性試液1.2mL、pH3.5の酢酸塩緩衝液2mL及  
85 び水を加えて50mLとし、5分間放置した後、両管を白色の  
86 背景を用い、上方から観察して液の色を比較する。検液の呈  
87 する色は、比較液の呈する色より濃くない(20ppm以下)。

88 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

89 強熱残分 (2.44) 1.5%以下(1g)。

## 90 定量法

91 (i) 装置 分解瓶：5mLの耐圧セラムバイアルで、外径  
92 20mm、高さ50mm、首部の外径20mm及び内径13mm、セ  
93 プタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で、アル  
94 ミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して  
95 密栓できるもの。又は同等の構造を持つもの。

96 加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径20mm、  
97 深さ32mmの穴をあけたもので、分解瓶に適合するもの。加

## 2 メチルセルロース

98 熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をか  
99 き混ぜる構造を有するか、又は振とう器に取り付けられて、  
100 毎分約100回の往復振とうができるもの。  
101 (ii) 操作法 本品約65mgを精密に量り、分解瓶に入れ、  
102 アジピン酸0.06~0.10g、内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素  
103 酸2.0mLを加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。分  
104 解瓶の内容物の温度が $130 \pm 2^\circ\text{C}$ になるようにブロックを加  
105 熱しながら、加熱器に付属したマグネチックスターラー又は  
106 振とう器を用いて60分間かき混ぜる。マグネチックスター  
107 ラー又は振とう器が使えない場合には、加熱時間の初めの  
108 30分間、5分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密  
109 に量り、減量が内容物質量の0.50%以下又は内容物の漏れが  
110 ないとき、混合物の上層を試料溶液とする。別にアジピン酸  
111 0.06~0.10g、内標準溶液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを  
112 分解瓶にとり、直ちに密栓し、その質量を精密に量り、マイ  
113 クロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン  
114 45 $\mu\text{L}$ を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を振り混ぜた  
115 後、内容物の上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
116 1~2 $\mu\text{L}$ につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02)  
117 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するヨード  
118 メタンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

119  $\text{メトキシ基}(\text{CH}_3\text{O})\text{の量}(\%) = M_S / M \times Q_T / Q_S \times 21.86$

120  $M_S$ : 定量用ヨードメタンの秤取量(mg)

121  $M$ : 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

122 内標準溶液  $n$ -オクタンの $o$ -キシレン溶液(3→100)

123 試験条件

124 検出器: 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

125 カラム: 内径3~4mm、長さ1.8~3mのガラス管に、ガ  
126 スクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを  
127 125~150 $\mu\text{m}$ のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土  
128 に10~20%の割合で被覆したものを充てんする。

129 カラム温度:  $100^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

130 キャリヤーガス: 熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリ  
131 ウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム  
132 又は窒素。

133 流量: 内標準物質の保持時間が約10分になるように調  
134 整する。

135 システム適合性

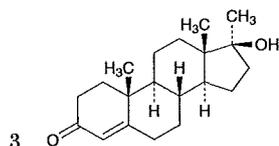
136 システムの性能: 標準溶液1~2 $\mu\text{L}$ につき、上記の条件  
137 で操作するとき、ヨードメタン、内標準物質の順に流  
138 出し、それぞれのピークは完全に分離する。

139 ◆貯法 容器 密閉容器。◆

1 メチルテストステロン

1 メチルテストステロン

2 Methyltestosterone



4 C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub> : 302.45

5 17β-Hydroxy-17α-methylandrosta-4-en-3-one

6 [58-18-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メチルテストステロ  
8 ン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)98.0~102.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水に  
11 ほとんど溶けない。

12 確認試験

13 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき、紫外  
14 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
15 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルテスト  
16 ステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
17 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同  
18 様の強度の吸収を認める。

19 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
20 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
21 本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルテストステロン標  
22 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  
23 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

24 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +79~+85°(乾燥後, 0.1g, エタノ  
25 ール(95), 10mL, 100mm)。

26 融点(2.60) 163~168°C

27 純度試験 類縁物質 本品40mgをエタノール(95)2mLに溶か  
28 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール  
29 (95)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これ  
30 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
31 を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグ  
32 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  
33 にスポットする。次にクロロホルム/ジエチルアミン混液  
34 (19:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾  
35 する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶  
36 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  
37 スポットより濃くない。

38 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 10時  
39 間)。

40 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

41 定量法 本品及びメチルテストステロン標準品をデシケーター  
42 (減圧, 酸化リン(V))で10時間乾燥し、その約20mgずつを精  
43 密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に200mL  
44 とする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに内標準  
45 溶液5mLずつを正確に加えた後、メタノールを加えて50mL  
46 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  
47 10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に

48 より試験を行い、内標準溶液のピーク面積に対するメチルテ  
49 ストステロンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

50 メチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

51 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

52 M<sub>S</sub> : メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

53 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶  
54 液(1→10000)

55 試験条件

56 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 241nm)

57 カラム : 内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μmの  
58 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
59 カゲルを充てんする。

60 カラム温度 : 35°C付近の一定温度

61 移動相 : アセトニトリル/水混液(11 : 9)

62 流量 : メチルテストステロンの保持時間が約10分に  
63 なるように調整する。

64 システム適合性

65 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
66 操作するとき、内標準溶液、メチルテストステロンの  
67 順に溶出し、その分離度は9以上である。

68 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、内標準溶液のピーク面積  
70 に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相  
71 対標準偏差は1.0%以下である。

72 貯法

73 保存条件 遮光して保存する。

74 容器 気密容器。

## 1 メチルテストステロン錠

## 2 Methyltestosterone Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 メチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>: 302.45)を含む。

5 製法 本品は「メチルテストステロン」をとり、錠剤の製法に  
6 より製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「メチルテストステ  
8 ロン」10mgに対応する量を取り、アセトン50mLを加えて  
9 30分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留  
10 物をアセトン10mLに溶かし、試料溶液とする。別にメチル  
11 テストステロン標準品10mgをアセトン10mLに溶かし、標  
12 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  
13 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつ  
14 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
15 層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール(95)混  
16 液(9:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風  
17 乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、110°Cで10分間加熱  
18 するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットのR<sub>F</sub>値  
19 は等しい。

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

22 本品1個をとり、水5mLを加えて崩壊させ、メタノール  
23 50mLを加えて30分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正  
24 確に100mLとし、遠心分離する。上澄液V mLを正確に量り、  
25 1mL中にメチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)約10μgを含む液  
26 となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし、試料  
27 溶液とする。別にメチルテストステロン標準品をデシケーター  
28 (減圧、酸化リン(V))で10時間乾燥し、その約10mgを精密  
29 に量り、水5mL及びメタノール50mLを加えて溶かし、更に  
30 メタノールを加えて正確に100mLとする。この液5mLを正  
31 確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとし、標準溶液  
32 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  
33 法(2.24)により試験を行い、波長241nm付近の吸収極大の  
34 波長における吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

35 メチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

$$36 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 10$$

37 M<sub>S</sub>: メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

38 溶出性 (6.10) 試験液にポリソルベート80 1gに水を加えて  
39 5Lとした液900mLを用い、パドル法により、毎分100回転  
40 で試験を行うとき、10mg錠の30分間の溶出率は75%以上で  
41 あり、25mg錠の60分間の溶出率は70%以上である。

42 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
43 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
44 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
45 正確に量り、表示量に従い1mL中にメチルテストステロン  
46 (C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)約11μgを含む液となるように試験液を加えて正確  
47 にV' mLとし、試料溶液とする。別にメチルテストステロ  
48 ン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として10時間減圧乾燥し、  
49 その約22mgを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正  
50 確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を加  
51 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標

52 準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法  
53 (2.24)により試験を行い、波長249nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
54 びA<sub>S</sub>を測定する。

55 メチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率  
56 (%)

$$57 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

58 M<sub>S</sub>: メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

59 C: 1錠中のメチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)の表示量  
60 (mg)

61 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
62 とする。メチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)約25mgに対応す  
63 る量を精密に量り、メタノール約70mLを加えて30分間振り  
64 混ぜた後、メタノールを加えて正確に100mLとする。この  
65 液2mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加えた後、  
66 メタノールを加えて50mLとし、孔径0.45μm以下のメンブ  
67 ランフィルターでろ過し、試料溶液とする。別にメチルテス  
68 トステロン標準品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で10  
69 時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、メタノールを加  
70 えて正確に200mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準  
71 溶液5mLを正確に加えた後、メタノールを加えて50mLとし、  
72 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の  
73 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
74 内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピー  
75 ク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

77 メチルテストステロン(C<sub>20</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

$$78 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / 4$$

79 M<sub>S</sub>: メチルテストステロン標準品の秤取量(mg)

80 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶  
81 液(1→10000)

82 試験条件

83 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 241nm)

84 カラム: 内径6mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの  
85 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
86 カゲルを充てんする。

87 カラム温度: 35°C付近の一定温度

88 移動相: アセトニトリル/水混液(11:9)

89 流量: メチルテストステロンの保持時間が約10分にな  
90 るように調整する。

91 システム適合性

92 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、内標準物質、メチルテストステロンの  
94 順に溶出し、その分離度は9以上である。

95 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
96 で試験を6回繰り返すとき、内標準溶液のピーク面積  
97 に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相  
98 対標準偏差は1.0%以下である。

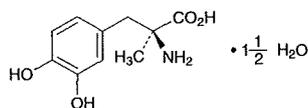
99 貯法 容器 密閉容器。

1 メチルドパ水和物

1 メチルドパ水和物

2 Methyldopa Hydrate

3 メチルドパ



5  $C_{10}H_{13}NO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$  : 238.24

6 (2S)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-2-methylpropanoic  
7 acid sesquihydrate

8 [41372-08-1]

9 本品を定量するとき、換算した脱水物に対し、メチルドパ  
10 ( $C_{10}H_{13}NO_4$  : 211.21)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶性の粉  
12 末である。

13 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けにくく、エタ  
14 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  
15 ど溶けない。

16 本品は希塩酸に溶ける。

17 確認試験

18 (1) 本品0.01gにニンヒドリン試液3滴を加え、水浴中で3  
19 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

20 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→2500)につき、紫  
21 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
22 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標  
23 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  
24 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  
25 吸収を認める。

26 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
27 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
28 品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品のスペクトルを比  
29 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  
30 強度の吸収を認める。

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -25~-28°(脱水物に換算したもの  
32 1g, 塩化アルミニウム(III)試液, 20mL, 100mm)。

33 純度試験

34 (1) 酸 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水100mLを  
35 加えて振り混ぜ、0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mL及び  
36 メチルレッド試液2滴を加えるとき、液の色は黄色である。

37 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
38 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下)。

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

42 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かす。これ  
43 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

44 (5) 3-O-メチルメチルドパ 本品0.10gをとり、メタノ  
45 ールに溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。別に、  
46 薄層クロマトグラフィー用3-O-メチルメチルドパ5mgを  
47 とり、メタノールに溶かし、正確に100mLとし、標準溶液  
48 とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

49 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつ  
50 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  
51 層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混  
52 液(13:5:3)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板  
53 を風乾する。これに4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム  
54 試液を均等に噴霧し、薄層板を風乾する。更に、これに炭酸  
55 ナトリウム十水和物溶液(1→4)を均等に噴霧するとき、標準  
56 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  
57 ポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

58 水分(2.48) 10.0~13.0%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

59 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

60 定量法 本品約0.3gを精密に量り、酢酸(100)80mLに溶かし、  
61 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(指示薬:クリスタルバ  
62 イオレット試液2~3滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が  
63 青色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験  
64 を行い、補正する。

65 0.1mol/L過塩素酸1mL=21.12mg  $C_{10}H_{13}NO_4$

66 貯法

67 保存条件 遮光して保存する。

68 容器 密閉容器。

## 1 メチルドパ錠

## 2 Methylropa Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 メチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ ; 211.21)を含む。

5 製法 本品は「メチルドパ水和物」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メチルドパ水和物」  
9 0.1gに対応する量を取り、水10mLを加え、時々振り混ぜな  
10 がら水浴中で5分間加熱する。冷後、毎分2000回転で5分間  
11 遠心分離し、上澄液1滴をろ紙に付け、温風で乾燥した後、  
12 これにニンヒドリン試液1滴を重ねて付け、100℃で5分間加  
13 熱するとき、紫色を呈する。

14 (2) (1)の上澄液0.5mLに0.05mol/L硫酸試液2mL、酒石酸  
15 鉄(II)試液2mL及びアンモニア試液4滴を加えて振り混ぜる  
16 とき、液は暗紫色を呈する。

17 (3) (1)の上澄液0.7mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて20mL  
18 とする。この液10mLに0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLと  
19 した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
20 ペクトルを測定するとき、波長277～283nmに吸収の極大を  
21 示す。

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

24 本品1個をとり、0.05mol/L硫酸試液50mLを加えて15分間  
25 よく振り混ぜ、更に0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に  
26 100mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ液  
27 のメチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )約5mgに対応する容量V mLを正  
28 確に量り、酒石酸鉄(II)試液5mLを正確に加え、更にpH8.5  
29 のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に  
30 100mLとし、試料溶液とする。別にメチルドパ標準品(別途  
31 125℃、2時間で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約0.11gを  
32 精密に量り、0.05mol/L硫酸試液に溶かし、正確に100mLと  
33 する。この液5mLを正確に量り、酒石酸鉄(II)試液5mLを正  
34 確に加え、更にpH8.5のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝  
35 液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
36 及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
37 試験を行い、波長520nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定す  
38 る。

39 メチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S \times 5 / V$

40  $M_S$ : 乾燥物に換算したメチルドパ標準品の秤取量(mg)

41 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により毎  
42 分50回転で試験を行うとき、本品の60分間の溶出率は75%  
43 以上である。

44 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
45 30mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
46 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
47 確に量り、表示量に従い1mL中にメチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )約  
48 25 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、  
49 試料溶液とする。別に定量用メチルドパ(別途125℃、2時間  
50 で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約56mgを精密に量り、  
51 水に溶かし、正確に200mLとする。この液10mLを正確に量

52 り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
53 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
54 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  
55 定する。

56 メチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$57 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

58  $M_S$ : 乾燥物に換算した定量用メチルドパの秤取量(mg)

59 C: 1錠中のメチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )の表示量(mg)

60 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
61 とする。メチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )約0.1gに対応する量を精密  
62 に量り、0.05mol/L硫酸試液50mLを加えて15分間よく振り  
63 混ぜ、更に0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に100mLとし、  
64 乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液20mLを除き、次の  
65 ろ液を試料溶液とする。別にメチルドパ標準品(別途125℃、  
66 2時間で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約0.11gを精密に量  
67 り、0.05mol/L硫酸試液に溶かし、正確に100mLとし、標準  
68 溶液とする。試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り、  
69 それぞれに酒石酸鉄(II)試液5mLを正確に加え、更にpH8.5  
70 のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に  
71 100mLとする。これらの液につき、0.05mol/L硫酸試液5mL  
72 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  
73 測定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液か  
74 ら得たそれぞれの液の波長520nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$   
75 を測定する。

76 メチルドパ( $C_{10}H_{13}NO_4$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

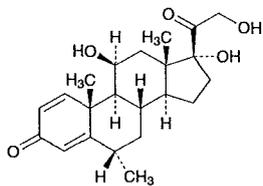
77  $M_S$ : 乾燥物に換算したメチルドパ標準品の秤取量(mg)

78 貯法 容器 密閉容器。

1 メチルプレドニゾン

1 メチルプレドニゾン

2 Methylprednisolone



3

4 C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>5</sub> : 374.47

5 11β,17,21-Trihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-

6 3,20-dione

7 [83-43-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メチルプレドニゾン  
9 (C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>5</sub>)96.0~104.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

11 本品はメタノール又は1,4-ジオキサンにやや溶けにくく、  
12 エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく、水又はジエ  
13 チルエーテルにほとんど溶けない。

14 融点：232~240°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、濃赤色を呈し、  
17 この液は蛍光を発しない。この液に水10mLを加えるとき、  
18 液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。

19 (2) 本品0.01gをメタノール1mLに溶かし、フェーリング  
20 試液1mLを加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

21 (3) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
22 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
23 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
24 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
25 る。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +79~+86°(乾燥後, 0.1g, 1,4-ジ  
27 オキサン, 10mL, 100mm)。

28 純度試験 類縁物質 本品50mgをクロロホルム/メタノール  
29 混液(9 : 1)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを  
30 正確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9 : 1)を加えて  
31 正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
32 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
33 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  
34 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  
35 ロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液(385 :  
36 75 : 40 : 6)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を  
37 風乾する。これを105°Cで10分間加熱し、冷後、アルカリ性  
38 ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液  
39 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  
40 ポットより濃くない。

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

42 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.2g)。

43 定量法 本品を乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノ  
44 ルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
45 り、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液につき、  
46 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長

47 243nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する。

48 メチルプレドニゾン(C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg)

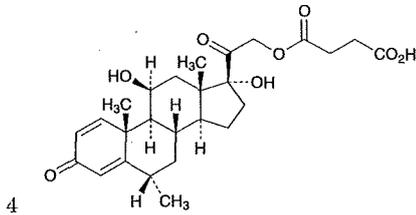
49 = A / 400 × 10000

50 貯法 容器 気密容器。

1 メチルプレドニゾンコハク酸エステル

2 Methylprednisolone Succinate

3 コハク酸メチルプレドニゾン



5  $C_{26}H_{34}O_8$  : 474.54

6 11 $\beta$ ,17,21-Trihydroxy-6 $\alpha$ -methylpregna-1,4-diene-

7 3,20-dione 21-(hydrogen succinate)

8 [2921-57-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メチルプレドニゾン  
10 ンコハク酸エステル( $C_{26}H_{34}O_8$ )97.0~103.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にや  
13 や溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 融点：約235°C(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視  
17 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
18 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルプレドニゾ  
19 ンコハク酸エステル標準品について同様に操作して得られ  
20 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  
21 のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
23 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
24 本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルプレドニゾンコ  
25 ハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき、両者の  
26 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。  
27 もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びメ  
28 チルプレドニゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれエタ  
29 ノール(95)に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物を乾  
30 燥したものにつき、同様の試験を行う。

31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : +99~+103°(乾燥後, 0.2g, エタノ  
32 ール(95), 20mL, 100mm)。

33 純度試験

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

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

39 (3) 類縁物質 本品15mgをメタノール5mLに溶かし、  
40 pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液  
41 (1:1)を加えて50mLとし、試料溶液とする。試料溶液1mL  
42 を正確に量り、pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/アセト  
43 ニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液  
44 とする。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを正確に量り、次の  
45 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。

46 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  
47 るとき、試料溶液のメチルプレドニゾンコハク酸エステル  
48 以外のピークの面積は、標準溶液のメチルプレドニゾンコ  
49 ハク酸エステルのピーク面積の1/2より大きくない。また、  
50 試料溶液のメチルプレドニゾンコハク酸エステル以外のピー  
51 クの合計面積は、標準溶液のメチルプレドニゾンコハク  
52 酸エステルのピーク面積より大きくない。

53 試験条件

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

56 面積測定範囲: メチルプレドニゾンコハク酸エステル  
57 の保持時間の約3倍の範囲

58 システム適合性

59 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

60 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、pH3.5の  
61 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(1:  
62 1)を加えて正確に10mLとする。この液5 $\mu$ Lから得た  
63 メチルプレドニゾンコハク酸エステルのピーク面積  
64 が、標準溶液のメチルプレドニゾンコハク酸エステ  
65 ルのピーク面積の7~13%になることを確認する。

66 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
67 試験を6回繰り返すとき、メチルプレドニゾンコハ  
68 ク酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以  
69 下である。

70 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

71 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.5g)。

72 定量法 本品及びメチルプレドニゾンコハク酸エステル標準  
73 品を乾燥し、その約15mgずつを精密に量り、それぞれをメ  
74 タノール5mLに溶かし、pH3.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液  
75 /アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとする。  
76 この液5mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5mL  
77 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  
78 標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
79 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
80 るメチルプレドニゾンコハク酸エステルのピーク面積の比  
81  $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

82 メチルプレドニゾンコハク酸エステル( $C_{26}H_{34}O_8$ )の量(mg)  
83 =  $M_S \times Q_T / Q_S$

84  $M_S$ : メチルプレドニゾンコハク酸エステル標準品の秤  
85 取量(mg)

86 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのpH3.5の  
87 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(1:1)  
88 溶液(3→20000)

89 試験条件

90 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

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

94 カラム温度: 25°C付近の一定温度

95 移動相: 0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液1000mL  
96 に0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加えて  
97 pH5.5に調整する。この液640mLにアセトニトリル

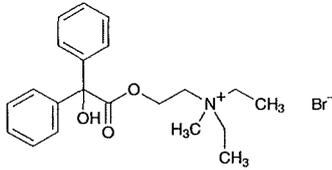
## 2 メチルプレドニゾンコハク酸エステル

- 98 360mLを加える.
- 99 流量：メチルプレドニゾンコハク酸エステルの保持時  
100 間が約6分になるように調整する.
- 101 システム適合性
- 102 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操  
103 作するとき、メチルプレドニゾンコハク酸エステル、  
104 内標準物質の順に溶出し、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5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
106 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
107 対するメチルプレドニゾンコハク酸エステルのピー  
108 ク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である.
- 109 貯法 容器 気密容器.

1 メチルベナクチジウム臭化物

2 Methylbenactyziium Bromide

3 臭化メチルベナクチジウム



5  $C_{21}H_{28}BrNO_3$  : 422.36

6 *N,N*-Diethyl-2-[(hydroxyl)(diphenyl)acetoxy]-*N*-

7 methylethylaminium bromide

8 [3166-62-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メチルベナクチジウム臭化物( $C_{21}H_{28}BrNO_3$ )99.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は極めて苦い。

13 本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けやすく、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。

16 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは5.0~6.0である。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→100)0.5mLにpH7.0のリン酸塩緩衝液5mL、プロモチモールブルー試液2~3滴及びクロロホルム5mLを加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

22 (2) 本品約1gに水5mL及び水酸化ナトリウム試液10mLを加え、5分間放置した後、希塩酸5mLを加え、沈殿をろ取り、水でよく洗い、水/エタノール(95)混液(10:3)から再結晶し、105℃で1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は145~150℃であり、更に約200℃まで加熱を続けるとき、赤色を呈する。

28 (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。

30 融点(2.60) 168~172℃

31 純度試験

32 (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。

34 (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)。

36 (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)。

39 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(2g, 105℃, 2時間)。

40 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

41 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(4:1)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。

45 0.1mol/L過塩素酸1mL=42.24mg  $C_{21}H_{28}BrNO_3$

## 1 メチルロザニリン塩化物

### 1 メチルロザニリン塩化物

2 Methylrosanilinium Chloride

3 塩化メチルロザニリン

4 クリスタルバイオレット

5  $C_{25}H_{30}ClN_3$  : 407.98

6 本品はヘキサメチルバラロザニリン塩化物で、通例、ペン  
7 タメチルバラロザニリン塩化物及びテトラメチルバラロザニ  
8 リン塩化物を含む。

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メチルロザ  
10 ニリン塩化物〔ヘキサメチルバラロザニリン塩化物  
11 ( $C_{25}H_{30}ClN_3$ )として]96.0%以上を含む。

12 性状 本品は緑色の金属光沢のある碎片又は暗緑色の粉末で、  
13 においはないか、又はわずかににおいがある。

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

#### 16 確認試験

17 (1) 本品1mgを硫酸1mLに加えるとき、だいたい色～赤  
18 褐色を呈して溶ける。この液に水を滴加するとき、液は褐色  
19 から緑色を経て青色に変わる。

20 (2) 本品0.02gを水10mLに溶かし、塩酸5滴を加え、試料  
21 溶液とする。試料溶液5mLにタンニン酸試液を滴加すると  
22 き、深青色の沈殿を生じる。

23 (3) (2)の試料溶液5mLに亜鉛粉末0.5gを加えて振り混ぜ  
24 るとき、液の色は消える。この液1滴をろ紙上に滴下し、そ  
25 のすぐ横にアンモニア試液1滴を滴下するとき、両液の接触  
26 部は青色を呈する。

#### 27 純度試験

28 (1) エタノール不溶物 本品を乾燥し、その約1gを精密  
29 に量り、エタノール(95)50mLを加え、還流冷却器を付け、  
30 水浴中で15分間加熱した後、沈殿を質量既知のガラスろ過  
31 器(G4)を用いてろ取し、洗液が紫色を呈しなくなるまで温エ  
32 タノール(95)で洗い、105℃で2時間乾燥するとき、その量  
33 は1.0%以下である。

34 (2) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
36 下)。

37 (3) 亜鉛 本品0.10gに硫酸0.1mLを加え、強熱して灰化  
38 し、冷後、希塩酸5mL、希硝酸0.5mL及び水4mLを加えて  
39 煮沸し、アンモニア試液5mLを加え、更に煮沸してろ過す  
40 る。ろ液に硫化ナトリウム試液2～3滴を加えるとき、液は  
41 混濁しない。

42 (4) ヒ素 (1.11) 本品0.40gをとり、第3法により検液を  
43 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

44 乾燥減量 (2.41) 7.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

45 強熱残分 (2.44) 1.5%以下(0.5g)。

46 定量法 本品約0.4gを精密に量り、広口三角フラスコに入れ、  
47 水25mL及び塩酸10mLに溶かし、二酸化炭素を通じながら  
48 0.1mol/L塩化チタン(III)液50mLを正確に加え、沸騰するま  
49 で加熱し、更にしばしば振り動かしながら15分間穏やかに  
50 煮沸する。続いて二酸化炭素を通じながら冷却し、過量の塩  
51 化チタン(III)を0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(III)液で滴定

52 (2.50) する(指示薬：チオシアン酸アンモニウム試液5mL)。

53 ただし、滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする。

54 同様の方法で空試験を行う。

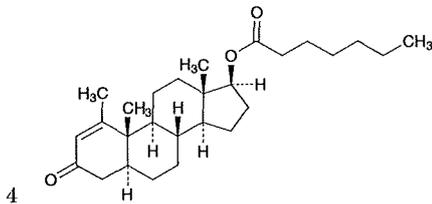
55 0.1mol/L塩化チタン(III)液1mL=20.40mg  $C_{25}H_{30}ClN_3$

56 貯法 容器 気密容器。

1 メテノロンエナント酸エステル

2 Metenolone Enanthate

3 エナント酸メテノロン



5  $C_{27}H_{42}O_3$  : 414.62

6 1-Methyl-3-oxo-5 $\alpha$ -andro-1-en-17 $\beta$ -yl heptanoate

7 [303-42-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メテノロンエナント  
9 酸エステル( $C_{27}H_{42}O_3$ )97.0~103.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。  
11 本品はエタノール(95)、アセトン、1,4-ジオキサン又は  
12 クロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、酢酸エチル、  
13 ジエチルエーテル、シクロヘキサン、石油エーテル又はトル  
14 エンに溶けやすく、ゴマ油にやや溶けやすく、水にほとんど  
15 溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品1mgを硫酸/エタノール(95)混液(1:1)5mLに溶  
18 かし、水浴中で30分間加熱するとき、液は、赤褐色を呈す  
19 る。

20 (2) 本品0.05gをメタノール3mLに溶かし、炭酸カリウム  
21 溶液(1→6)0.3mLを加え、還流冷却器を付け、2時間煮沸し、  
22 冷後、この液を冷水50mL中に徐々に加え、15分間かき混ぜ  
23 る。生じた沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ取し、洗液が中  
24 性になるまで水で洗い、105°Cで1時間乾燥するとき、その  
25 融点 (2.60) は156~162°Cである。

26 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +39~+43°(乾燥後, 0.2g, クロロ  
27 ホルム, 10mL, 100mm)。

28 融点 (2.60) 67~72°C

29 純度試験

30 (1) 溶状 本品0.5gを1,4-ジオキサン10mLに溶かすとき、  
31 液は無色澄明である。

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

35 (3) 類縁物質 本品20mgをとり、クロロホルム10mLを  
36 正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層  
37 クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液10  
38  $\mu$ L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  
39 いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/シク  
40 ロヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、  
41 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
42 とき、主スポット以外のスポットを認めない。

43 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 4時  
44 間)。

45 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

46 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、メタノール

47 に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、  
48 メタノールを加えて正確に100mLとする。更にこの液10mL  
49 を正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとする。  
50 この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を  
51 行い、波長242nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを  
52 測定する。

53 メテノロンエナント酸エステル( $C_{27}H_{42}O_3$ )の量(mg)

54 
$$= A / 325 \times 100000$$

55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

## 1 メテノロンエナント酸エステル注射液

2 Metenolone Enanthate Injection

3 エナント酸メテノロン注射液

4 本品は油性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
6 メテノロンエナント酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O<sub>3</sub>: 414.62)を含む。7 製法 本品は「メテノロンエナント酸エステル」をとり、注射  
8 剤の製法により製する。

9 性状 本品は微黄色澄明の油液である。

## 10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステ  
12 ル」0.1gに対応する容量をとり、石油エーテル20mLを加え、  
13 薄めた酢酸(100)(5→7)20mLずつで3回抽出する。抽出液を  
14 合わせ、石油エーテル20mLで洗った後、氷冷しながら冷水  
15 300mLを加え、よくかき混ぜる。生じた沈殿をガラスろ過  
16 器(G4)で吸引る取し、洗液が中性となるまで水で洗い、デシ  
17 ケーター(減圧、酸化リン(V))で6時間乾燥したものにつき、  
18 「メテノロンエナント酸エステル」の確認試験(1)を準用す  
19 る。20 (2) 本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステ  
21 ル」0.01gに対応する容量をとり、クロロホルム10mLに溶  
22 かし、試料溶液とする。別にメテノロンエナント酸エステル  
23 0.01gをクロロホルム10mLに溶かし、標準溶液とする。こ  
24 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
25 験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマト  
26 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  
27 板にスポットする。次にトルエンを展開溶媒として約15cm  
28 展開した後、薄層板を風乾する。更に、酢酸エチル/シクロ  
29 ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、  
30 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
31 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  
32 ポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

33 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

34 定量法 本品のメテノロンエナント酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O<sub>3</sub>)約  
35 0.1gに対応する容量を正確に量り、クロロホルムを加えて正  
36 確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、クロロホル  
37 ムを加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
38 エナント酸メテノロンをデシケーター(減圧、酸化リン(V))  
39 で4時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、試料溶液の調製  
40 と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
41 3mLずつを正確に量り、イソニアジド試液10mLを正確に加  
42 え、メタノールを加えて正確に20mLとし、60分間放置する。  
43 これらの液につき、クロロホルム3mLを用いて同様に操作  
44 して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
45 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  
46 の波長384nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。47 メテノロンエナント酸エステル(C<sub>27</sub>H<sub>42</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)

48 
$$= M_S \times A_T / A_S$$

49 M<sub>S</sub>: 定量用エナント酸メテノロンの秤取量(mg)

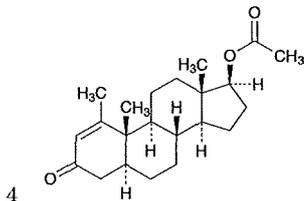
## 50 貯法

51 保存条件 遮光して保存する。

1 **メテノロン酢酸エステル**

2 Metenolone Acetate

3 酢酸メテノロン



5  $C_{22}H_{32}O_3$  : 344.49

6 1-Methyl-3-oxo-5 $\alpha$ -androst-1-en-17 $\beta$ -yl acetate

7 [434-05-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メテノロン酢酸エス  
9 テル( $C_{22}H_{32}O_3$ )97.0~103.0%を含む。

10 **性状** 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。  
11 本品はアセトン、1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶  
12 けやすく、メタノール又はエタノール(95)にやや溶けやすく、  
13 ジエチルエーテル又はゴマ油にやや溶けにくく、ヘキサン又  
14 は石油エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

15 **確認試験**

16 (1) 本品1mgを硫酸/エタノール(95)混液(1:1)5mLに溶  
17 かし、水浴中で30分間加熱するとき、液は赤褐色を呈する。

18 (2) 本品0.01gに希水酸化カリウム・エタノール試液  
19 0.5mLを加え、水浴上で1分間加熱する。冷後、薄めた硫酸  
20 (1→2)0.5mLを加え、1分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エ  
21 チルのにおいを発する。

22 (3) 本品0.05gをメタノール3mLに溶かし、炭酸カリウム  
23 溶液(1→6)0.3mLを加え、還流冷却器を付け、2時間煮沸し、  
24 冷後、この液を冷水50mL中に徐々に加え、15分間かき混ぜ  
25 る。生じた沈殿をガラスろ過器(G4)で吸引ろ過し、水10mL  
26 で洗った後、105℃で1時間乾燥するとき、その融点 (2.60)  
27 は157~161℃である。

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

32 **旋光度** (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +39~+42°(乾燥後, 0.2g, クロロ  
33 ホルム, 10mL, 100mm).

34 **融点** (2.60) 141~144℃

35 **純度試験**

36 (1) **溶状** 本品0.50gを1,4-ジオキサン10mLに溶かすと  
37 き、液は無色~微黄色澄明である。

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

41 (3) **類縁物質** 本品35mgをクロロホルム20mLに溶かし、  
42 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
43 を加えて正確に250mLとし、標準溶液とする。これらの液  
44 につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。  
45 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
46 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

47 トする。次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液(1:1)を展開  
48 溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに  
49 紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主  
50 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  
51 濃くない。

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

53 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(0.5g)。

54 **定量法** 本品を乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノー  
55 ルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
56 り、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液につき、  
57 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長  
58 242nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する。

59 メテノロン酢酸エステル( $C_{22}H_{32}O_3$ )の量(mg)

60  $= A / 391 \times 10000$

61 **貯法**

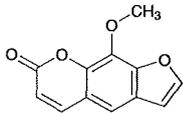
62 保存条件 遮光して保存する。

63 容器 気密容器。

1 メトキサレン

1 メトキサレン

2 Methoxsalen



3

4  $C_{12}H_8O_4$  : 216.19

5 9-Methoxy-7H-furo[3,2-g]chromen-7-one

6 [298-81-7]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メトキサレン( $C_{12}H_8O_4$ )98.0~102.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

11 本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品0.01gに希硝酸5mLを加え、加熱するとき、液は黄色を呈する。この液に水酸化ナトリウム溶液(2→5)を加えてアルカリ性とするとき、液の色は赤褐色に変わる。

18 (2) 本品0.01gに硫酸5mLを加えて振り混ぜるとき、液は黄色を呈する。

20 (3) 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトキサレ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。

26 融点(2.60) 145~149°C

27 純度試験

28 (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)。

31 (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)。

33 (3) 類縁物質 本品50mgをクロロホルム10mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液2mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に50mL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5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)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/ヘキサン/酢酸エチル混液(40:10:3)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。

45 水分(2.48) 0.5%以下(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

46 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

47 定量法 本品及びメトキサレン標準品約50mg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100mLと

49 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25mLとする。更に、これらの液51 10mL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300nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

56 メトキサレンの量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

57  $M_S$ : 脱水物に換算したメトキサレン標準品の秤取量(mg)

58 貯法

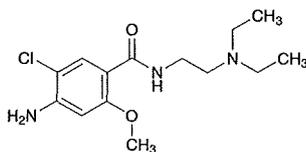
59 保存条件 遮光して保存する。

60 容器 密閉容器。

# 1 メトクロプラミド

## 1 メトクロプラミド

### 2 Metoclopramide



3

4  $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$  : 299.80

5 4-Amino-5-chloro-N-[2-(diethylamino)ethyl]-2-

6 methoxybenzamide

7 [364-62-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メトクロプラミド  
9 ( $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ )99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

11 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やすく、エタノール(95)、無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく、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。

12 本品は希塩酸に溶ける。

#### 16 確認試験

17 (1) 本品0.01gに希塩酸1mL及び水4mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。

18 (2) 本品0.01gに希塩酸5mL及び水20mLを加えて溶かし、この液5mLにドラーゲンドルフ試液1mLを加えるとき、赤だいだい色の沈殿を生じる。

22 (3) 本品0.1gを1mol/L塩酸試液1mLに溶かした後、水を加えて100mLとする。この液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。

28 融点(2.60) 146~149°C

#### 29 純度試験

30 (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。

32 (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。比較液は鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

34 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、1mol/L塩酸試液5mLに溶かし、これを検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

36 (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10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)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(19:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾し、更に80°C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。

47 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

49 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸(100)50mLに溶かし、無水酢酸5mLを加え、5分間加温する。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2滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

54 0.1mol/L過塩素酸1mL=29.98mg  $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$

55 貯法 容器 密閉容器。

## 1 メトクロプラミド錠

## 2 Metoclopramide 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 メトクロプラミド( $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ : 299.80)を含む。

5 製法 本品は「メトクロプラミド」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メトクロプラミド」  
9 50mgに対応する量を取り、0.5mol/L塩酸試液15mLを加え、  
10 70℃の水浴中でしばしば振り混ぜながら15分間加温する。  
11 冷後、この液を10分間遠心分離し、上澄液5mLに4-ジメチ  
12 ルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液1mLを加えるとき、  
13 液は黄色を呈する。

14 (2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
15 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長270～  
16 274nm及び306～310nmに吸収の極大を示す。

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

19 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液10mLを加え、超音波  
20 を用いて粒子を小さく分散させた後、0.1mol/L塩酸試液を  
21 加えて正確に25mLとする。この液を10分間遠心分離し、上  
22 澄液4mLを正確に量り、1mL中にメトクロプラミド  
23 ( $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ )約12 $\mu$ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸  
24 試液を加え、正確にV mLとし、試料溶液とする。別に定量  
25 用メトクロプラミドを105℃で3時間乾燥し、その約80mgを  
26 精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に500mLと  
27 する。この液4mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加え  
28 て正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
29 液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行い、  
30 波長308nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

31 メトクロプラミド( $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ )の量(mg)

$$32 = M_S \times A_T / A_S \times V / 1000$$

33  $M_S$ : 定量用メトクロプラミドの秤取量(mg)

34 溶出性 別に規定する。

35 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
36 とする。メトクロプラミド( $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ )約75mgに対応す  
37 る量を精密に量り、0.1mol/L塩酸試液300mLを加えて1時間  
38 振り混ぜた後、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に500mLと  
39 し、10分間遠心分離する。上澄液4mLを正確に量り、  
40 0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、試料溶液とす  
41 る。別に定量用メトクロプラミドを105℃で3時間乾燥し、  
42 その約80mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正  
43 確に500mLとする。この液4mLを正確に量り、0.1mol/L塩  
44 酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶  
45 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24)によ  
46 り試験を行い、波長308nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定  
47 する。

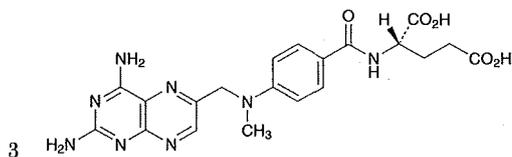
48 メトクロプラミド( $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

49  $M_S$ : 定量用メトクロプラミドの秤取量(mg)

1 メトトレキサート

1 メトトレキサート

2 Methotrexate



4  $C_{20}H_{22}N_8O_5$  : 454.44

5 *N*-{4-[(2,4-Diaminopteridin-

6 6-ylmethyl)(methylamino)benzoyl]-L-glutamic acid

7 [59-05-2]

8 本品は4-アミノ-10-メチル葉酸及び近縁化合物の混合  
9 物である。

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メトトレキ  
11 サート( $C_{20}H_{22}N_8O_5$ )94.0~102.0%を含む。

12 性状 本品は黄褐色の結晶性の粉末である。

13 本品はピリジンに溶けにくく、水、アセトニトリル、エタ  
14 ノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は希水酸化ナトリウム試液又は希炭酸ナトリウム試液  
16 に溶ける。

17 本品は光によって徐々に変化する。

18 確認試験

19 (1) 本品1mgを0.1mol/L塩酸試液100mLに溶かした液に  
20 つき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル  
21 を測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメ  
22 トトレキサート標準品について同様に操作して得られたスペ  
23 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のとこ  
24 ろに同様の強度の吸収を認める。

25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
26 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
27 品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品のスペクト  
28 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のとこ  
29 ろに同様の強度の吸収を認める。

30 水分(2.48) 水分測定用ピリジン5mL及び水分測定用メタノ  
31 ール20mLを乾燥した滴定用フラスコにとり、水分測定用試  
32 液で終点まで滴定(2.50)する。次に本品約0.2gを精密に量  
33 り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の  
34 一定量を加え、30分間かき混ぜた後、試験を行うとき、水  
35 分は12.0%以下である。

36 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

37 定量法 本品及びメトトレキサート標準品約25mgずつを精密  
38 に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に250mLとし、  
39 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ L  
40 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
41 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のメトトレキサート  
42 のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

43 メトトレキサート( $C_{20}H_{22}N_8O_5$ )の量(mg)= $M_S \times A_T / A_S$

44  $M_S$ : 脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量  
45 (mg)

46 試験条件

47 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 302nm)

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

51 カラム温度: 25°C付近の一定温度

52 移動相: pH6.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩  
53 衝液/アセトニトリル混液(89: 11)

54 流量: メトトレキサートの保持時間が約8分になるよう  
55 に調整する。

56 システム適合性

57 システムの性能: 本品及び葉酸10mgずつを移動相  
58 100mLに溶かし、この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
59 操作するとき、葉酸、メトトレキサートの順に溶出し、  
60 その分離度は8以上である。

61 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
62 で試験を6回繰り返すとき、メトトレキサートのピー  
63 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。

66 容器 気密容器。

1 メトトレキサートカプセル

1 メトトレキサートカプセル

2 Methotrexate 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 メトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>: 454.44)を含む。

5 製法 本品は「メトトレキサート」をとり、カプセル剤の製法  
6 により製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「メトトレ  
8 キサート」2mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液  
9 100mLを加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLに  
10 0.1mol/L塩酸試液を加えて20mLとした液につき、紫外可視  
11 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、  
12 波長240~244nm及び304~308nmに吸収の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、内容物を取り出し、移動相3V/5 mLを  
16 加え、15分間超音波処理した後、25分間振り混ぜ、1mL中  
17 にメトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)約20µgを含む液となるよ  
18 うに移動相を加えて正確にV mLとする。この液を遠心分離  
19 し、上澄液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加  
20 え、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別にメト  
21 トレキサート標準品(別途「メトトレキサート」と同様の方  
22 法で水分(2.48)を測定しておく)約10mgを精密に量り、移  
23 動相に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に  
24 量り、移動相を加えて正確に50mLとする。この液2mLを正  
25 確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた後、移動相を加  
26 えて20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
27 20µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
28 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメトトレ  
29 キサートのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

30 メトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg)

31  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

32 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量  
33 (mg)

34 内標準溶液 4-ニトロフェノールのメタノール溶液(1→  
35 10000)

36 試験条件

37 定量法の試験条件を準用する。

38 システム適合性

39 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。  
40 システムの再現性: 標準溶液20µLにつき、上記の条件  
41 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
42 に対するメトトレキサートのピーク面積の比の相対標  
43 準偏差は1.0%以下である。

44 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、シンカーを使用し  
45 て、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品  
46 の30分間の溶出率は85%以上である。

47 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
48 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
49 ーでろ過する。初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液V  
50 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にメトトレキサート  
51 (C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)約2.2µgを含む液となるように水を加えて正確

52 にV' mLとし、試料溶液とする。別にメトトレキサート標  
53 準品(別途「メトトレキサート」と同様の方法で水分(2.48)  
54 を測定しておく)約10mgを精密に量り、移動相に溶かし、正  
55 確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて  
56 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
57 液50µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
58 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のメトトレキ  
59 サートのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

60 メトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
61  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

62 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量  
63 (mg)

64 C: 1カプセル中のメトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)の表示  
65 量(mg)

66 試験条件

67 定量法の試験条件を準用する。

68 システム適合性

69 システムの性能: 標準溶液50µLにつき、上記の条件で  
70 操作するとき、メトトレキサートのピークの理論段数  
71 及びシンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、1.5  
72 以下である。

73 システムの再現性: 標準溶液50µLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、メトトレキサートのピー  
75 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

76 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、内容  
77 物を取り出し、カプセルの質量を精密に量る。内容物を粉末  
78 とした後、メトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)約10mgに対応す  
79 る量を精密に量り、移動相60mLを加え、25分間振り混ぜた  
80 後、移動相を加えて正確に100mLとする。この液を遠心分  
81 離し、上澄液2mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確に  
82 加えた後、移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別  
83 にメトトレキサート標準品(別途「メトトレキサート」と同  
84 様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約10mgを精密に量  
85 り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを  
86 正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えた後、移動相を  
87 加えて20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
88 20µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
89 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメトトレ  
90 キサートのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

91 メトトレキサート(C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>8</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub>

92 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量  
93 (mg)

94 内標準溶液 4-ニトロフェノールのメタノール溶液(1→  
95 10000)

96 試験条件

97 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 302nm)

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

101 カラム温度: 25℃付近の一定温度

102 移動相: 0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液250mLに

## 2 メトトレキサートカプセル

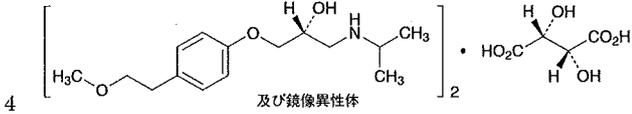
- 103 0.2mol/L水酸化ナトリウム試液28.5mL及び水を加え  
104 て1000mLとする。この液890mLにアセトニトリル  
105 110mLを加える。  
106 流量：メトトレキサートの保持時間が約6分になるよう  
107 に調整する。  
108 システム適合性  
109 システムの性能：メトトレキサート及び葉酸10mgずつ  
110 を移動相100mLに溶かす。この液2mLをとり、移動  
111 相を加えて20mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上記  
112 の条件で操作するとき、葉酸、メトトレキサートの順  
113 に溶出し、その分離度は8以上である。  
114 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
115 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
116 に対するメトトレキサートのピーク面積の比の相対標  
117 準偏差は1.0%以下である。  
118 貯法 容器 気密容器。

1 メトプロロール酒石酸塩

1 メトプロロール酒石酸塩

2 Metoprolol Tartrate

3 酒石酸メトプロロール



5  $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6 : 684.81$

6 (2*RS*)-1-[4-(2-Methoxyethyl)phenoxy]-3-

7 [(1-methylethyl)amino]propan-2-ol hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

8 [56392-17-7]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メトプロロール酒石  
10 酸塩 $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$ 99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

14 旋光度  $[\alpha]_D^{20} : +7.0 \sim +10.0^\circ$ (乾燥後, 1g, 水, 50mL,  
15 100mm)。

16 確認試験

17 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→10000)につき、紫外可  
18 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
19 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
20 者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認  
21 める。

22 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
23 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  
24 照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数  
25 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  
26 クトルに差を認めるときは、本品をアセトン溶液(23→  
27 1000)から再結晶し、結晶をろ取し、乾燥したのものにつき、  
28 同様の試験を行う。

29 (3) 本品の水溶液(1→5)は酒石酸塩の定性反応(1)(1.09)  
30 を呈する。

31 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.0~  
32 7.0である。

33 純度試験

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

37 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試  
38 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
39 えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メタ  
40 ノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。これら  
41 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
42 行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラ  
43 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。  
44 次にアンモニア水をガラス容器に入れ、酢酸エチル/メタノ  
45 ール混液(4:1)を展開溶媒とした展開用容器中に静置し、飽  
46 和させた後、約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
47 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  
48 ト及び原点のスポット以外のスポットは3個以下で、標準溶

49 液から得たスポットより濃くない。

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

51 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
53 (100)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
54 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=34.24mg  $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$

56 貯法 容器 密閉容器。

1 メトプロロール酒石酸塩錠

1 メトプロロール酒石酸塩錠

2 Metoprolol Tartrate Tablets

3 酒石酸メトプロロール錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 メトプロロール酒石酸塩 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ を  
6 含む。

7 製法 本品は「メトプロロール酒石酸塩」をとり、錠剤の製法  
8 により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「メトプロロール酒  
10 石酸塩」10mgに対応する量を取り、エタノール(95)100mL  
11 を加えて15分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫  
12 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  
13 るとき、波長274～278nm及び281～285nmに吸収の極大を  
14 示す。

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

17 本品1個をとり、「メトプロロール酒石酸塩」10mg当た  
18 り水1mLを加えて20分間振り混ぜた後、エタノール  
19 (95)75mLを加え、更に15分間振り混ぜ、エタノール(95)を  
20 加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上澄液V mLを正  
21 確に量り、1mL中にメトプロロール酒石酸塩  
22  $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 約0.1mgを含む液となるようにエタ  
23 ノール(95)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別  
24 に定量用酒石酸メトプロロールを60℃で4時間減圧乾燥し、  
25 その約50mgを精密に量り、水5mLに溶かし、エタノール  
26 (95)を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
27 り、エタノール(95)を加えて正確に50mLとし、標準溶液と  
28 する。試料溶液及び標準溶液につき、エタノール(95)を対照  
29 として、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
30 波長276nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

31 メトプロロール酒石酸塩 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の量(mg)  
32  $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 5$

33  $M_S$ : 定量用酒石酸メトプロロールの秤取量(mg)

34 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により毎  
35 分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は80%  
36 以上である。

37 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
38 20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
39 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
40 確に量り、表示量に従い1mL中にメトプロロール酒石酸塩  
41  $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 約22 $\mu$ gを含む液となるように水を  
42 加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用酒  
43 石酸メトプロロールを60℃で4時間減圧乾燥し、その約  
44 56mgを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。こ  
45 の液8mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標  
46 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にと  
47 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
48 を行い、それぞれの液のメトプロロールのピーク面積 $A_T$ 及  
49 び $A_S$ を測定する。

50 メトプロロール酒石酸塩 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の表示量に  
51 対する溶出率(%)

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

53  $M_S$ : 定量用酒石酸メトプロロールの秤取量(mg)

54  $C$ : 1錠中のメトプロロール酒石酸塩 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot$   
55  $C_4H_6O_6]$ の表示量(mg)

56 試験条件

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

59 システム適合性

60 システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、メトプロロールのピークの理論段数及  
62 びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、1.5以  
63 下である。

64 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、メトプロロールのピーク  
66 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

67 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
68 とする。メトプロロール酒石酸塩 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 約  
69 0.12gに対応する量を精密に量り、エタノール(99.5)/  
70 1mol/L塩酸試液混液(100:1)60mL及び内標準溶液10mLを  
71 正確に加えて15分間振り混ぜた後、エタノール(99.5)/  
72 1mol/L塩酸試液混液(100:1)を加えて100mLとする。この  
73 液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用酒石  
74 酸メトプロロールを60℃で4時間減圧乾燥し、その約0.12g  
75 を精密に量り、エタノール(99.5)/1mol/L塩酸試液混液  
76 (100:1)60mLに溶かし、内標準溶液10mLを正確に加えた  
77 後、エタノール(99.5)/1mol/L塩酸試液混液(100:1)を加え  
78 て100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
79 10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
80 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメトプロ  
81 ロールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

82 メトプロロール酒石酸塩 $[(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の量(mg)  
83  $=M_S \times Q_T / Q_S$

84  $M_S$ : 定量用酒石酸メトプロロールの秤取量(mg)

85 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのエタノール  
86 (99.5)/1mol/L塩酸試液混液(100:1)溶液(1→500)

87 試験条件

88 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 274nm)

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

92 カラム温度: 25℃付近の一定温度

93 移動相: 過塩素酸ナトリウム14.0gを水1000mLに溶か  
94 し、薄めた過塩素酸(17→2000)を加え、pH3.2に調整  
95 する。この液750mLにアセトニトリル250mLを加え  
96 る。

97 流量: メトプロロールの保持時間が約8分になるように  
98 調整する。

99 システム適合性

100 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

## 2 メトプロロール酒石酸塩錠

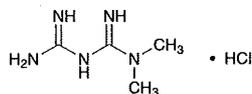
- 101 操作するとき、メトプロロール、内標準物質の順に溶  
102 出し、その分離度は5以上である。  
103 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
104 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
105 に対するメトプロロールのピーク面積の比の相対標準  
106 偏差は1.0%以下である。  
107 貯法 容器 密閉容器。

1 メトホルミン塩酸塩

1 メトホルミン塩酸塩

2 Metformin Hydrochloride

3 塩酸メトホルミン



5  $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$  : 165.62

6 1,1-Dimethylbiguanide monohydrochloride

7 [1115-70-4]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メトホルミン塩酸塩

9 ( $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は水に溶けやすく、酢酸(100)にやや溶けにくく、エ  
12 タノール(99.5)に溶けにくい。

13 融点：約221℃(分解)。

14 確認試験

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

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

23 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応 (1.09) を呈  
24 する。

25 純度試験

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

29 (2) 類縁物質 本品2.5gを水10mLに溶かし、試料溶液と  
30 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLと  
31 する。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLと  
32 し、標準溶液(1)とする。標準溶液(1)5mLを正確に量り、水  
33 を加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)とする。別に1-シ  
34 アノグアニジン0.10gを水に溶かし、正確に50mLとする。

35 この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標  
36 準溶液(3)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ  
37 ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)、標  
38 準溶液(2)及び標準溶液(3)10μLずつを薄層クロマトグラフ  
39 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  
40 に4-メチル-2-ペンタノン/2-メトキシエタノール/水  
41 /酢酸(100)混液(30 : 20 : 5 : 3)を展開溶媒として約10cm展  
42 開した後、薄層板を風乾し、更に105℃で10分間乾燥する。

43 これにペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサ  
44 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  
45 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  
46 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  
47 より濃いスポットは2個以下であり、標準溶液(3)から得たス  
48 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  
49 溶液(3)から得たスポットより濃くない。

50 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 3時間)。

51 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、酢酸

53 (100)40mLに溶かし、無水酢酸40mLを加え、0.05mol/L過

54 塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試

55 験を行い、補正する。

56 0.05mol/L過塩素酸1mL=4.141mg  $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$

57 貯法 容器 気密容器。

1 メトホルミン塩酸塩錠

1 メトホルミン塩酸塩錠

2 Metformin Hydrochloride Tablets

3 塩酸メトホルミン錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
5 メトホルミン塩酸塩( $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ : 165.62)を含む。

6 製法 本品は「メトホルミン塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

8 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「メトホルミン塩酸  
9 塩」250mgに対応する量を取り、2-プロパノール25mLを  
10 加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を40℃の水浴中で減  
11 圧留去して得た残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法  
12 (2.25)の塩化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  
13  $3370\text{cm}^{-1}$ ,  $3160\text{cm}^{-1}$ ,  $1627\text{cm}^{-1}$ ,  $1569\text{cm}^{-1}$ 及び $1419\text{cm}^{-1}$ 付  
14 近に吸収を認める。

15 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

16 溶出性 別に規定する。

17 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
18 とする。メトホルミン塩酸塩( $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ )約0.15gに対応  
19 する量を精密に量り、水/アセトニトリル混液(3:2)70mL  
20 を加え、10分間振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液  
21 (3:2)を加えて正確に100mLとし、孔径 $0.45\mu\text{m}$ 以下のメン  
22 ブランフィルターを用いてろ過する。初めのろ液10mLを除  
23 き、次のろ液3mLを正確に量り、内標準溶液3mLを正確に  
24 加え、水/アセトニトリル混液(3:2)を加えて50mLとし、  
25 試料溶液とする。別に定量用塩酸メトホルミンを105℃で3  
26 時間乾燥し、その約0.15gを精密に量り、水/アセトニトリ  
27 ル混液(3:2)に溶かし、正確に100mLとする。この液3mL  
28 を正確に量り、内標準溶液3mLを正確に加え、水/アセト  
29 ニトリル混液(3:2)を加えて50mLとし、標準溶液とする。  
30 試料溶液及び標準溶液5 $\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマト  
31 グラフィー (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク  
32 面積に対するメトホルミンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
33 める。

34 メトホルミン塩酸塩( $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ )の量(mg)

35 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

36  $M_S$ : 定量用塩酸メトホルミンの秤取量(mg)

37 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチル0.3gを水/ア  
38 セトニトリル混液(3:2)100mLに溶かす。

39 試験条件

40 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 235nm)

41 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu\text{m}$   
42 のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

43 カラム温度: 40℃付近の一定温度

44 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム0.8gを薄めたリン酸(1  
45 →2500)620mLに溶かし、アセトニトリル380mLを  
46 加える。

47 流量: メトホルミンの保持時間が約10分になるように  
48 調整する。

49 システム適合性

50 システムの性能: 標準溶液5 $\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操  
51 作するとき、メトホルミン、内標準物質の順に溶出し、

52 その分離度は6以上である。

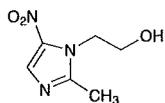
53 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu\text{L}$ につき、上記の条件で  
54 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
55 対するメトホルミンのピーク面積の比の相対標準偏差  
56 は1.0%以下である。

57 貯法 容器 密閉容器。

1 メトロニダゾール

1 メトロニダゾール

2 Metronidazole



3

4  $C_6H_9N_3O_3$  : 171.15

5 2-(2-Methyl-5-nitro-1H-imidazol-1-yl)ethanol

6 [443-48-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メトロニダゾール

8 ( $C_6H_9N_3O_3$ )99.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(99.5)又はアセ

11 トンにやや溶けにくく、水に溶けにくい。

12 本品は希塩酸に溶ける。

13 本品は光によって黄褐色になる。

14 確認試験

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

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

24 融点 (2.60) 159~163°C

25 純度試験

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

29 (2) 2-メチル-5-ニトロイミダゾール 本品0.10gをア  
30 セトンに溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。別に  
31 薄層クロマトグラフィー用2-メチル-5-ニトロイミダゾ  
32 ール20mgをアセトンに溶かし、正確に20mLとする。この  
33 液5mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に100mLとし、  
34 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  
35 (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLず  
36 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  
37 いて調製した薄層板にスポットする。直ちにアセトン/水/  
38 酢酸エチル混液(8 : 1 : 1)を展開溶媒として約15cm展開した  
39 後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射  
40 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  
41 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  
42 くない。

43 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 24時間)。

44 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

45 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸  
46 (100)30mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する  
47 (指示薬: p-ナフトールベンゼイン試液0.5mL)。ただし、  
48 滴定の終点は液のだいたい黄色が緑色に変わるときとする。

49 同様の方法で空試験を行い、補正する。

50 0.1mol/L過塩素酸1mL=17.12mg  $C_6H_9N_3O_3$

51 貯法

52 保存条件 遮光して保存する。

53 容器 気密容器。

# 1 メトロニダゾール錠

## 1 メトロニダゾール錠

### 2 Metronidazole Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
4 メトロニダゾール(C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>: 171.15)を含む。

5 製法 本品は「メトロニダゾール」をとり、錠剤の製法により  
6 製する。

### 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メトロニダゾール」  
9 0.1gに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液100mLを加え  
10 る。時々振り混ぜながら30分間放置した後、激しく振り混  
11 ぜ、この液の一部をとり、遠心分離する。上澄液1mLを量  
12 り、0.1mol/L塩酸試液を加えて100mLとする。この液につ  
13 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
14 測定するとき、波長275~279nmに吸収の極大を示す。

15 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「メトロニダゾール」  
16 0.20gに対応する量を取り、アセトン20mLを加え、10分間  
17 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。  
18 別にメトロニダゾール0.10gをアセトン10mLに溶かし、標  
19 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  
20 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ  
21 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い  
22 て調製した薄層板にスポットする。直ちにアセトン/水/酢  
23 酸エチル混液(8:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
24 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
25 とき、試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR<sub>f</sub>値は  
26 等しい。

27 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  
28 き、適合する。

29 本品1個をとり、水/メタノール混液(1:1)25mLを加え、  
30 25分間激しく振り混ぜた後、水/メタノール混液(1:1)を加  
31 えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/メ  
32 タノール混液(4:1)を加えて正確に100mLとする。この液  
33 を孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し、初めのろ  
34 液3mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量法を  
35 準用する。

36 メトロニダゾール(C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)

$$37 = M_S \times A_T / A_S \times 10$$

38 M<sub>S</sub>: 定量用メトロニダゾールの秤取量(mg)

39 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、  
40 毎分50回転で試験を行うとき、本品の90分間の溶出率は  
41 70%以上である。

42 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
43 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
44 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
45 正確に量り、表示量に従い1mL中にメトロニダゾール  
46 (C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)約11μgを含む液となるように水を加えて正確に  
47 V' mLとし、試料溶液とする。別に定量用メトロニダゾ  
48 ールをシリカゲルを乾燥剤として24時間減圧乾燥し、その約  
49 22mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
50 の液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標  
51 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光

52 度測定法(2.24)により試験を行い、波長320nmにおける吸  
53 光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

54 メトロニダゾール(C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
55 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub> × V' / V × 1 / C × 45

56 M<sub>S</sub>: 定量用メトロニダゾールの秤取量(mg)

57 C: 1錠中のメトロニダゾール(C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

58 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
59 とする。メトロニダゾール(C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)約0.25gに対応する量  
60 を精密に量り、水/メタノール混液(1:1)25mLを加え、10  
61 分間激しく振り混ぜた後、水/メタノール混液(1:1)を加え  
62 て正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/メタ  
63 ノール混液(4:1)を加えて正確に100mLとする。この液を  
64 孔径0.45μmのメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液  
65 3mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用メト  
66 ロニダゾールをシリカゲルを乾燥剤として24時間減圧乾燥  
67 し、その約25mgを精密に量り、水/メタノール混液(4:1)  
68 に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
69 及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
70 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
71 メトロニダゾールのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を求める。

72 メトロニダゾール(C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)

$$73 = M_S \times A_T / A_S \times 10$$

74 M<sub>S</sub>: 定量用メトロニダゾールの秤取量(mg)

### 75 試験条件

76 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 320nm)

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

80 カラム温度: 25°C付近の一定温度

81 移動相: 水/メタノール混液(4:1)

82 流量: メトロニダゾールの保持時間が約5分になるよう  
83 に調整する。

### 84 システム適合性

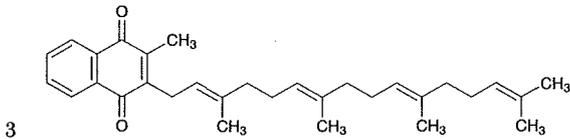
85 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
86 操作するとき、メトロニダゾールのピークの理論段数  
87 及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5  
88 以下である。

89 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
90 で試験を6回繰り返し返すとき、メトロニダゾールのピー  
91 ク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

92 貯法 容器 気密容器。

1 メナテトレノン

2 Menatetrenone



4  $C_{31}H_{40}O_2$  : 444.65

5 2-Methyl-3-[(2E,6E,10E)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-

6 2,6,10,14-tetraen-1-yl]-1,4-naphthoquinone

7 [863-61-6]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メナテトレ  
9 ノン( $C_{31}H_{40}O_2$ )98.0%以上を含む。

10 性状 本品は黄色の結晶、結晶性の粉末、ろう様の塊又は油状  
11 である。

12 本品はヘキサンに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に  
13 やや溶けやすく、2-プロパノールにやや溶けにくく、メタ  
14 ノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

15 本品は光によって分解し、着色が強くなる。

16 融点：約37°C

17 確認試験

18 (1) 本品0.1gにエタノール(99.5)5mLを加え、加温して溶  
19 かし、冷後、水酸化カリウムのエタノール(95)溶液(1→  
20 10)1mLを加えるとき、液は青色を呈し、放置するとき、青  
21 紫色から赤紫色を経て赤褐色に変わる。

22 (2) 本品につき、必要ならば加温融解した後、赤外吸収ス  
23 ペクトル測定法(2.25)の液膜法により試験を行い、本品の  
24 スペクトルと本品の参照スペクトル又はメナテトレノン標準  
25 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  
26 数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 純度試験

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

31 (2) メナジオン 本品0.20gに薄めたエタノール(1→  
32 2)5mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液0.5mLに  
33 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンのエタノール  
34 (99.5)溶液(1→20)1滴及びアンモニア水(28)1滴を加え、2時  
35 間放置するとき、液は青紫色を呈しない。

36 (3) シス体 本品0.10gをヘキサン10mLに溶かし、試料  
37 溶液とする。この液1mLを正確に量り、ヘキサンを加えて  
38 正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄  
39 層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液  
40 及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
41 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。  
42 次にヘキサン/ジ-*n*-ブチルエーテル混液(17:3)を展開溶  
43 媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫  
44 外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主ス  
45 ポットに対する相対 $R_f$ 値1.1のスポットは、標準溶液から得  
46 たスポットより濃くない。

47 (4) その他の類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容

48 器を用いて行う。本品0.10gをエタノール(99.5)100mLに溶  
49 かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノ  
50 ール(99.5)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試  
51 料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液  
52 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  
53 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、  
54 試料溶液のメナテトレノン以外のピークの合計面積は、標準  
55 溶液のメナテトレノンのピーク面積より大きくない。

56 試験条件

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

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からメナテトレノンの  
60 保持時間の約6倍の範囲

61 システム適合性

62 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

63 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、エタノール  
64 (99.5)を加えて正確に50mLとする。この液20 $\mu$ Lから  
65 得たメナテトレノンのピーク面積が、標準溶液のメナ  
66 テトレノンのピーク面積の7~13%になることを確認  
67 する。

68 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
69 で試験を6回繰り返すとき、メナテトレノンのピーク  
70 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

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

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

73 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
74 品及びメナテトレノン標準品(別途本品と同様の方法で水分  
75 (2.48)を測定しておく)約0.1gずつを精密に量り、それぞれ  
76 を2-プロパノール50mLに溶かし、更にエタノール(99.5)を  
77 加えて正確に100mLとする。この液10mLずつを正確に量り、  
78 それぞれにエタノール(99.5)を加えて正確に100mLとする。  
79 この液2mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液4mL  
80 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  
81 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
82 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
83 るメナテトレノンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

84 
$$\text{メナテトレノン}(C_{31}H_{40}O_2)\text{の量(mg)} = M_S \times Q_T / Q_S$$

85  $M_S$ ：脱水物に換算したメナテトレノン標準品の秤取量  
86 (mg)

87 内標準溶液 フィトナジオンの2-プロパノール溶液(1→  
88 20000)

89 試験条件

90 検出器：紫外吸光度計(測定波長：270nm)

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

94 カラム温度：40°C付近の一定温度

95 移動相：メタノール

96 流量：メナテトレノンの保持時間が約7分になるように  
97 調整する。

98 システム適合性

99 システムの性能：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

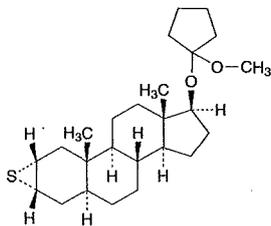
## 2 メナテトレノン

- 100 操作するとき、メナテトレノン、内標準物質の順に溶  
101 出し、その分離度は4以上である。  
102 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
103 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
104 に対するメナテトレノンのピーク面積の比の相対標準  
105 偏差は1.0%以下である。  
106 貯法  
107 保存条件 遮光して保存する。  
108 容器 気密容器。

1 メピチオスタン

1 メピチオスタン

2 Mepitiostane



4 C<sub>25</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>S : 404.65

5 2α,3α-Epithio-17β-(1-methoxycyclopentyl)-5α-  
6 androstane

7 [21362-69-6]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メピチオス  
9 タン(C<sub>25</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>S)96.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はトリエチルアミン、クロロホルム、ジエチルエー  
12 ル又はシクロヘキサンに溶けやすく、ジエチレングリコール  
13 ジメチルエーテル又は石油エーテルにやや溶けやすく、アセ  
14 トンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール(99.5)に  
15 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

16 本品は湿った空气中で加水分解する。

17 確認試験

18 (1) 本品1mgをメタノール1mLに溶かし、塩化パラジウ  
19 ム(II)試液0.5mLを加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。  
20 これに水1mL及びクロロホルム2mLを加え、よく振り混ぜ  
21 て放置するとき、クロロホルム層はだいたい色を呈する。

22 (2) 本品0.1gをジエチレングリコールジメチルエーテル  
23 2mLに溶かし、1mol/L塩酸試液1mLを加えて振り混ぜた後、  
24 ろ過する。ろ液に2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・ジエ  
25 チレングリコールジメチルエーテル試液1.5mL及び薄めたエ  
26 タノール(2→3)1.5mLを加えるとき、だいたい黄色の沈殿を  
27 生じる。この沈殿をろ取し、エタノール(99.5)から再結晶し、  
28 デシケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥するとき、そ  
29 の融点(2.60)は144~149°Cである。

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

34 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +20~+23(0.1g, クロロホルム,  
35 10mL, 100mm)。

36 純度試験

37 (1) 溶状 本品0.10gを石油エーテル4mLに溶かすとき、  
38 液は無色~微黄色澄明である。

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

42 (3) 類縁物質 本品20mgをとり、アセトン/トリエチル  
43 アミン混液(1000:1)5mLを正確に加えて溶かし、試料溶液  
44 とする。別にエピチオスタン標準品10mgをとり、アセ  
45 トン/トリエチルアミン混液(1000:1)に溶かし、正確に

46 10mLとする。この液1mL及び3mLをそれぞれ正確に量り、  
47 それぞれにアセトン/トリエチルアミン混液(1000:1)を加  
48 えて正確に25mLとし、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。  
49 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により  
50 試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5μLず  
51 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  
52 いて調製した薄層板にスポットする。次に、ヘキサン/アセ  
53 トン混液(3:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層  
54 板を風乾する。これに薄めた硫酸(1→5)を均等に噴霧し、  
55 120~130°Cで5分間加熱した後、紫外線(主波長365nm)を照  
56 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の  
57 うち、標準溶液と同じR<sub>f</sub>値のスポットは、標準溶液(2)から  
58 得たスポットより濃くなく、その他の主スポット以外のスポ  
59 ットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。

60 水分(2.48) 0.7%以下(0.3g, 容量滴定法, 逆滴定)。

61 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

62 定量法 本品約0.3gを精密に量り、シクロヘキサンに溶かし、  
63 正確に10mLとする。この液2mLを正確に量り、エタノール  
64 (99.5)10mLを加え、この液に0.01mol/L塩酸試液及び内標準  
65 溶液2mLずつを正確に加えて振り混ぜた後、エタノール  
66 (99.5)を加えて20mLとし、常温で30分間放置し、試料溶液  
67 とする。別にエピチオスタン標準品約45mgを精密に量り、  
68 内標準溶液2mLを正確に加えて溶かした後、エタノール  
69 (99.5)を加えて20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
70 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  
71 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対  
72 するエピチオスタノールのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め  
73 る。

74 メピチオスタン(C<sub>25</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>S)の量(mg)

75 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 \times 1.320$$

76 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算したエピチオスタン標準品の秤取  
77 量(mg)

78 内標準溶液 n-オクチルベンゼンのエタノール(99.5)溶  
79 液(1→300)

80 試験条件

81 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 265nm)

82 カラム: 内径4.0mm, 長さ15cmのステンレス管に  
83 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
84 ル化シリカゲルを充填する。

85 カラム温度: 25°C付近の一定温度

86 移動相: メタノール/水混液(20:3)

87 流量: エピチオスタノールの保持時間が約6分になるよ  
88 うに調整する。

89 システム適合性

90 システムの性能: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
91 操作するとき、エピチオスタン標準品、内標準物質の順  
92 に溶出し、その分離度は4以上である。

93 システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
94 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
95 に対するエピチオスタノールのピーク面積の比の相対  
96 標準偏差は1.0%以下である。

97 貯法

## 2 メピチオスタン

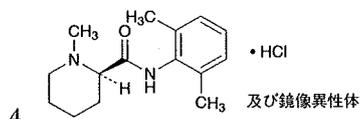
- 98 保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換し、冷所に保存
- 99 する.
- 100 容器 密封容器.

1 メピバカイン塩酸塩

1 メピバカイン塩酸塩

2 Mepivacaine Hydrochloride

3 塩酸メピバカイン



5  $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$  : 282.81

6 (2*RS*)-*N*-(2,6-Dimethylphenyl)-1-methylpiperidine-2-

7 carboxamide monohydrochloride

8 [1722-62-9]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メピバカイン塩酸塩  
10 ( $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$ )98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品は水又はメタノールに溶けやすく、酢酸(100)にやや  
13 溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくい。

14 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

15 融点：約256°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→2500)につき、紫外可視吸光度測定  
18 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  
19 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
20 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈  
26 する。

27 pH(2.54) 本品0.2gを水10mLに溶かした液のpHは4.0~  
28 5.0である。

29 純度試験

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

32 (2) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
33 液には0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)。

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

37 (4) 類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試  
38 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
39 えて正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノ  
40 ールを加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これらの  
41 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
42 う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフ  
43 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。  
44 次にジエチルエーテル/メタノール/アンモニア水(28)混液  
45 (100:5:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
46 風乾する。これに硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等  
47 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  
48 トは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

49 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、酢酸  
52 (100)10mLに溶かし、無水酢酸70mLを加え、0.1mol/L過塩  
53 素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
54 を行い、補正する。

55 0.1mol/L過塩素酸1mL=28.28mg  $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$

56 貯法 容器 気密容器。

1 メピバカイン塩酸塩注射液

1 メピバカイン塩酸塩注射液

2 Mepivacaine Hydrochloride Injection

3 塩酸メピバカイン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
6 メピバカイン塩酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・HCl: 282.81)を含む。

7 製法 本品は「メピバカイン塩酸塩」をとり、注射剤の製法に  
8 より製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「メピバカイン塩酸塩」20mg  
11 に対応する容量をとり、水酸化ナトリウム試液1mLを加え  
12 た後、ヘキサン20mLで抽出する。ヘキサン抽出液8mLをと  
13 り、1mol/L塩酸試液20mLを加えて激しく振り混ぜた後、水  
14 層につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
15 トルを測定するとき、波長261～265nm及び270～273nmに  
16 吸収の極大を示す。

17 pH 別に規定する。

18 エンドトキシン(4.01) 0.6EU/mg未満。

19 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

20 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

21 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

24 定量法 本品のメピバカイン塩酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・HCl)約40mg  
25 に対応する容量を正確に量り、内標準溶液4mLを正確に加  
26 え、0.001mol/L塩酸試液を加えて20mLとし、試料溶液とす  
27 る。別に定量用塩酸メピバカインを105℃で3時間乾燥し、  
28 その約40mgを精密に量り、0.001mol/L塩酸試液に溶かし、  
29 内標準溶液4mLを正確に加え、0.001mol/L塩酸試液を加え  
30 て20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μL  
31 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
32 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメピバカイン  
33 のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

34 メピバカイン塩酸塩(C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・HCl)の量(mg)

35 
$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

36  $M_S$ : 定量用塩酸メピバカインの秤取量(mg)

37 内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→4000)

38 試験条件

39 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

40 カラム: 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に10μm  
41 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
42 リカゲルを充てんする。

43 カラム温度: 25℃付近の一定温度

44 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム2.88gをpH3.0の  
45 0.02mol/Lリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液  
46 (11: 9)1000mLに溶かす。

47 流量: メピバカインの保持時間が約6分になるように調  
48 整する。

49 システム適合性

50 システムの性能: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
51 作するとき、メピバカイン、内標準物質の順に溶出し、

52 その分離度は6以上である。

53 システムの再現性: 標準溶液5μLにつき、上記の条件で

54 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に

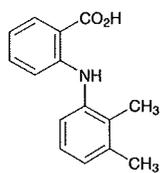
55 対するメピバカインのピーク面積の比の相対標準偏差

56 は1.0%以下である。

57 貯法 容器 密封容器。

## 1 メフェナム酸

## 2 Mefenamic Acid



3

4  $C_{15}H_{15}NO_2$  : 241.29

5 2-(2,3-Dimethylphenylamino)benzoic acid

6 [61-68-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、メフェナム酸  
8 ( $C_{15}H_{15}NO_2$ )99.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはなく、味は初め  
10 ないが、後にわずかに苦い。

11 本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく、メタノール、  
12 エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく、水にほとん  
13 ど溶けない。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

15 融点：約225℃(分解)。

## 16 確認試験

17 (1) 本品0.01gにメタノール1mLを加え、加温して溶かし、  
18 冷後、4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶  
19 液(1→1000)1mLを加え、更に水酸化ナトリウム試液1mLを  
20 加えて振り混ぜるとき、液はだいたい赤色を呈する。

21 (2) 本品0.01gを硫酸2mLに溶かし、加熱するとき、液は  
22 黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。

23 (3) 本品7mgを塩酸のメタノール溶液(1→1000)に溶かし  
24 て500mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) に  
25 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  
26 照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  
27 のところに同様の強度の吸収を認める。

## 28 純度試験

29 (1) 塩化物 (1.03) 本品1.0gに水酸化ナトリウム試液  
30 20mLを加え、加温して溶かし、冷後、酢酸(100)2mL及び  
31 水を加えて100mLとして振り混ぜ、生じた沈殿をろ過し、  
32 初めのろ液10mLを除き、次のろ液25mLをとり、希硝酸  
33 6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
34 行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.50mLに水酸化ナトリウム  
35 試液5mL、酢酸(100)0.5mL、希硝酸6mL及び水を加えて  
36 50mLとする(0.071%以下)。

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

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

42 (4) 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム/メタノール混  
43 液(3:1)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正  
44 確に量り、クロロホルム/メタノール混液(3:1)を加えて正  
45 確に200mLとする。この液10mLを正確に量り、クロロホル  
46 ム/メタノール混液(3:1)を加えて正確に50mLとし、標準  
47 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

48 (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液25 $\mu$ Lずつ  
49 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  
50 て調製した薄層板にスポットする。次に2-メチル-1-ブ  
51 ロパノール/アンモニア水(28)混液(3:1)を展開溶媒として  
52 約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波  
53 長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以  
54 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。

55 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 4時間)。  
56 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

57 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、あらかじめ  
58 0.1mol/L水酸化ナトリウム液でフェノールレッド試液に対  
59 し中性としたエタノール(95)100mLを加え、穏やかに加温  
60 して溶かす。冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定  
61 (2.50) する(指示薬：フェノールレッド試液2～3滴)。ただ  
62 し、滴定の終点は液の黄色が黄赤色を経て赤紫色に変わると  
63 きとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

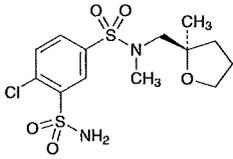
64 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=24.13mg  $C_{15}H_{15}NO_2$

65 貯法 容器 密閉容器。

1 メフルシド

1 メフルシド

2 Mefruside



3

及び鏡像異性体

4  $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$  : 382.88

5 4-Chloro-*N*-methyl-*N*-[(*2R,5S*)-2-methyltetrahydrofuran-2-

6 ylmethyl]-3-sulfamoylbenzenesulfonamide

7 [7195-27-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、メフルシド  
9 ( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、  
12 アセトンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタ  
13 ノール(95)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

14 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→10)は旋光性  
15 を示さない。

16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→40000)につき、紫外可視  
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
19 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
20 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
21 る。

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

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

28 融点(2.60) 149~152°C

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをアセトン30mLに溶かし、  
31 希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
32 試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLにアセトン30mL、希  
33 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(20ppm以下)。

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

36 (3) 類縁物質 本品0.20gをアセトン10mLに溶かし、試  
37 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、アセトンを加え  
38 て正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
39 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
40 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  
41 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。  
42 次にクロロホルム/アセトン混液(5:2)を展開溶媒として約  
43 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長  
44 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外  
45 のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

46 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

47 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、*N,N*-ジメ  
49 チルホルムアミド80mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルア  
50 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)。  
51 別に*N,N*-ジメチルホルムアミド80mLに水13mLを加えた  
52 液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

53 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
54 = 38.29mg  $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$

55 貯法 容器 密閉容器。

## 1 メフルシド錠

## 2 Mefruside 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 メフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ : 382.88)を含む。

5 製法 本品は「メフルシド」をとり、錠剤の製法により製する。  
6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メフルシド」0.3gに  
8 対応する量を取り、熱メタノール15mLを加えて20分間振り  
9 混ぜた後、ろ過する。ろ液に水25mLを加え、氷冷して30分  
10 間放置する。生じた白色沈殿をろ取し、水で洗い、105°Cで  
11 2時間乾燥するとき、その融点(2.60)は149～152°Cである。

12 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「メフルシド」0.01g  
13 に対応する量を取り、メタノール70mLを加え、15分間強く  
14 振り混ぜ、メタノールを加えて100mLとし、ろ過する。ろ  
15 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
16 トルを測定するとき、波長274～278nm及び283～287nmに  
17 吸収の極大を示す。

18 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  
19 き、適合する。

20 本品1個をとり、メタノール40mLを加え、時々振り混ぜ  
21 ながら超音波処理して崩壊させた後、更に10分間超音波処  
22 理し、1mL中にメフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )約0.5mgを含む  
23 液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとする。こ  
24 の液を遠心分離し、上澄液5mLを正確に量り、メタノール  
25 を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。以下定量法を  
26 準用する。

27 メフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )の量(mg)

$$28 = M_S \times A_T / A_S \times V / 125$$

29  $M_S$ : 定量用メフルシドの秤取量(mg)

30 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
31 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
32 85%以上である。

33 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
34 20mL以上をとり、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初め  
35 のろ液5mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に  
36 従い1mL中にメフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )約28 $\mu$ gを含む液  
37 となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とす  
38 る。別に定量用メフルシドを105°Cで2時間乾燥し、その約  
39 70mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLと  
40 する。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL  
41 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を  
42 対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
43 層長5cmで波長285nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

44 メフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$45 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

46  $M_S$ : 定量用メフルシドの秤取量(mg)

47  $C$ : 1錠中のメフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )の表示量(mg)

48 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
49 とする。メフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )約65mgに対応する量

50 を精密に量り、メタノール70mLを加えて、15分間振り混ぜ  
51 た後、メタノールを加えて正確に100mLとする。この液を  
52 ろ過し、初めのろ液20mLを除き、次のろ液10mLを正確に  
53 量り、メタノールを加えて正確に50mLとし、試料溶液とす  
54 る。別に定量用メフルシドを105°Cで2時間乾燥し、その約  
55 65mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLと  
56 する。この液10mLを正確に量り、メタノールを加えて正確  
57 に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
58 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
59 285nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

60 メフルシド( $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

61  $M_S$ : 定量用メフルシドの秤取量(mg)

62 貯法 容器 気密容器。

# 1 メフロキン塩酸塩

## 1 メフロキン塩酸塩

2 Mefloquine Hydrochloride

3 塩酸メフロキン



5  $C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$  : 414.77

6 (1*RS*)-[2,8-Bis(trifluoromethyl)quinolin-4-yl][(2*SR*)-

7 piperidin-2-yl]methanol monohydrochloride

8 [51773-92-3]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メフロキン塩酸塩  
10 ( $C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

12 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや  
13 溶けやすく、水に溶けにくい。

14 本品は硫酸に溶ける。

15 本品のメタノール溶液(1→20)は旋光性を示さない。

16 融点：約260°C(分解)。

### 17 確認試験

18 (1) 本品2mgを硫酸1mLに溶かした液に紫外線(主波長  
19 365nm)を照射するとき、液は青色の蛍光を発する。

20 (2) 本品のメタノール溶液(1→25000)につき、紫外可視  
21 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
22 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
23 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
24 る。

25 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
26 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  
27 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
28 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (4) 本品の水溶液(1→1000)5mLに希硝酸1mL及び硝酸銀  
30 試液1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離  
31 し、過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

### 32 純度試験

33 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gを石英るつぼにとり、第2法  
34 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
35 える(20ppm以下)。

36 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gに硝酸マグネシウム六水和物  
37 のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え、エタノールに点  
38 火して燃焼させた後、徐々に加熱し、800°Cで強熱して灰化  
39 する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝  
40 酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸  
41 3mLを加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、  
42 試験を行う(2ppm以下)。

43 (3) 類縁物質 本品50mgを移動相50mLに溶かし、試料  
44 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
45 確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加え

46 て正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
47 液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
48 イー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
49 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のメフロ  
50 キン及び最初に溶出するピーク以外の各々のピークの面積は  
51 標準溶液のメフロキンのピーク面積より大きくない。また、  
52 試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外のピー  
53 クの合計面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積の2.5倍  
54 より大きくない。

### 55 試験条件

56 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

57 カラム：内径3.9mm、長さ30cmのステンレス管に  
58 10μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシ  
59 リル化シリカゲルを充てんする。

60 カラム温度：40°C付近の一定温度

61 移動相：アセトニトリル/薄めたリン酸(1→14)混液  
62 (24：1)

63 流量：メフロキンの保持時間が約10分になるように調  
64 整する。

65 面積測定範囲：メフロキンの保持時間の約3倍の範囲

### 66 システム適合性

67 検出の確認：標準溶液10mLを正確に量り、移動相を加  
68 えて正確に20mLとする。この液10μLから得たメフ  
69 ロキンのピーク面積が標準溶液のメフロキンのピーク  
70 面積の40~60%になることを確認する。

71 システムの性能：塩酸メフロキン10mg及びジプロフィ  
72 リン5mgを移動相50mLに溶かす。この液2mLをと  
73 り、移動相を加えて20mLとする。この液10μLにつき、  
74 上記の条件で操作するとき、ジプロフィリン、メフロ  
75 キンの順に溶出し、その分離度は5以上である。

76 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
77 で試験を6回繰り返すとき、メフロキンのピーク面積  
78 の相対標準偏差は2.0%以下である。

79 (4) 残留溶媒 別に規定する。

80 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

81 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

82 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/  
83 酢酸(100)混液(7：3)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で  
84 滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
85 補正する。

86 0.1mol/L過塩素酸1mL=41.48mg  $C_{17}H_{16}F_6N_2O \cdot HCl$

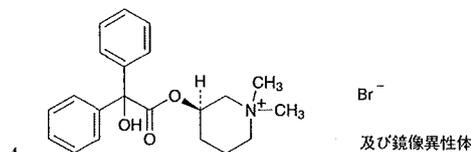
87 貯法 容器 密閉容器。

1 メペンゾラート臭化物

1 メペンゾラート臭化物

2 Mepenzolate Bromide

3 臭化メペンゾラート



5  $C_{21}H_{26}BrNO_3$  : 420.34

6 (3RS)-3-[(Hydroxy)(diphenyl)acetoxy]-1,1-

7 dimethylpiperidinium bromide

8 [76-90-4]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、メペンゾラート臭化  
10 物( $C_{21}H_{26}BrNO_3$ )98.5%以上を含む。

11 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  
12 いはなく、味は苦い。

13 本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
14 熱湯にやや溶けやすく、水又はエタノール(95)に溶けにくく、  
15 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  
16 溶けない。

17 融点：約230℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品0.03gに硫酸10滴を加えるとき、赤色を呈する。

20 (2) 本品0.01gを水20mL及び希塩酸5mLに溶かし、この  
21 液5mLにドラーゲンドルフ試液1mLを加えるとき、だいた  
22 い色の沈殿を生じる。

23 (3) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→2000)につき、紫  
24 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
25 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
26 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
27 認める。

28 (4) 本品0.5gに水50mL及び硝酸3mLを加え、加熱して溶  
29 かした液は臭化物の定性反応(1.09)を呈する。

30 純度試験

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

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

36 (3) 類縁物質 本品0.40gをとり、メタノール10mLを正  
37 確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
38 量り、メタノールを加えて正確に200mLとし、標準溶液(1)  
39 とする。別にベンゾフェノン40mgをとり、メタノールに溶  
40 かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メ  
41 タノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)とする。こ  
42 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試  
43 験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)10 $\mu$ Lづつ  
44 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  
45 て調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/1-ブ  
46 タノール/水/酢酸(100)混液(3:3:2:1)を展開溶媒とし  
47 て約10cm展開した後、薄層板を風乾し、80℃で30分間乾燥

48 する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶  
49 液から得た主スポット及びベンゾフェノンに対応する位置の  
50 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  
51 り濃くなく、かつ、ベンゾフェノンに対応する位置のスポッ  
52 トは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。また、こ  
53 の薄層板にドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試  
54 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)  
55 から得たスポットより濃くない。

56 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

57 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

58 定量法 本品を乾燥し、その約0.35gを精密に量り、ギ酸2mL  
59 に溶かし、無水酢酸60mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定  
60 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補  
61 正する。

62 0.1mol/L過塩素酸1mL=42.03mg  $C_{21}H_{26}BrNO_3$

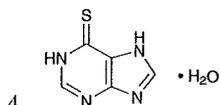
63 貯法 容器 気密容器。

1 メルカプトプリン水和物

1 メルカプトプリン水和物

2 Mercaptopurine Hydrate

3 メルカプトプリン



5  $C_5H_4N_4S \cdot H_2O$  : 170.19

6 1,7-Dihydro-6H-purine-6-thione monohydrate

7 [6112-76-1]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メルカプト  
9 プリン( $C_5H_4N_4S$  : 152.18)98.0%以上を含む。

10 性状 本品は淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末で、におい  
11 はない。

12 本品は水、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶け  
13 ない。

14 本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

15 確認試験

16 (1) 本品0.6gを水酸化ナトリウム溶液(3→100)6mLに溶か  
17 し、激しくかき混ぜながらヨードメタン0.5mLを徐々に加え、  
18 更に10分間よくかき混ぜた後、氷冷し、酢酸(31)を滴加して  
19 pHを約5に調整する。次に析出した結晶をろ取し、水から再  
20 結晶し、120°Cで30分間乾燥するとき、その融点 (2.60) は  
21 218～222°C(分解)である。

22 (2) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→200000)につき、紫  
23 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、  
24 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
25 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  
26 認める。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品0.20gをアンモニア試液10mLに溶かすと  
29 き、液は澄明である。

30 (2) 硫酸塩 本品0.05gを希塩酸10mLに溶かし、塩化バ  
31 リウム試液5滴を加えて5分間放置するとき、液は混濁しな  
32 い。

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

36 (4) ヒポキサンチン 本品50mgをとり、アンモニア水  
37 (28)のメタノール溶液(1→10)10mLを正確に加えて溶かし、  
38 試料溶液とする。別にヒポキサンチン5.0mgをとり、アンモ  
39 ニア水(28)のメタノール溶液(1→10)に溶かし、正確に  
40 100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
41 ロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び  
42 標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル  
43 (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  
44 メタノール/クロロホルム/ギ酸*n*-ブチル/アンモニア水  
45 (28)混液(8 : 6 : 4 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、  
46 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射する  
47 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  
48 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、

49 かつ濃くない。

50 (5) リン 本品0.20gをるつぼにとり、薄めた硫酸(3→  
51 7)2mLを加え、穏やかに加熱しながら内容物が無色になる  
52 まで硝酸0.5mLずつを徐々に滴加した後、ほとんど蒸発する  
53 まで加熱する。冷後、残留物を水10mLに溶かし、25mLの  
54 メスフラスコに移し、るつぼを水4mLずつで2回洗い、洗液  
55 を合わせ、試料溶液とする。別にリン酸二水素カリウム  
56 0.4396gを水に溶かし、正確に200mLとする。この液2.0mL  
57 を量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液  
58 2.0mLを25mLのメスフラスコにとり、水16mLを加え、標  
59 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液に薄めた硫酸(3→  
60 7)1mL、硝酸0.5mL、セモリブデン酸六アンモニウム試液  
61 0.75mL、1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液  
62 1mL及び水を加えて25mLとし、5分間放置する。これらの  
63 液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) に  
64 より試験を行うとき、波長750nmにおける試料溶液から得  
65 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  
66 い。

67 水分 (2.48) 10.0～12.0%(0.2g, 容量滴定法, 逆滴定)。

68 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

69 定量法 本品約0.25gを精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムア  
70 ミド90mLに溶かし、0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒ  
71 ドロキシド液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。別に*N,N*-  
72 ジメチルホルムアミド90mLに水15mLを加えた液につき、  
73 同様の方法で空試験を行い、補正する。

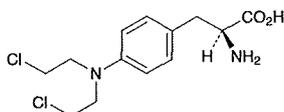
74 0.1mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
75 = 15.22mg  $C_5H_4N_4S$

76 貯法 容器 密閉容器。

1 メルファラン

1 メルファラン

2 Melphalan



4  $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$  : 305.20

5 4-Bis(2-chloroethyl)amino-L-phenylalanine

6 [148-82-3]

7 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メルファラ  
8 ン( $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$ )93.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

10 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく、  
11 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

12 本品は希塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

13 本品は光によって徐々に着色する。

14 旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : 約 $-32^\circ$ (乾燥物に換算したもの0.5g、メ  
15 タノール、100mL、100mm)。

16 確認試験

17 (1) 本品0.02gにメタノール50mLを加え、加温して溶か  
18 し、4-(4-ニトロベンジル)ピリジンのアセトン溶液(1→  
19 20)1mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物を温メタノ  
20 ール1mLに溶かし、アンモニア水(28)2滴を加えるとき、液  
21 は紫色を呈する。

22 (2) 本品0.1gを希水酸化ナトリウム試液10mLに溶かし、  
23 水浴上で10分間加熱する。冷後、希硝酸を加えて酸性とし、  
24 ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

25 (3) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
26 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
27 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者  
28 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め  
29 る。

30 純度試験

31 (1) 分解産生塩化物 本品約0.5gを精密に量り、薄めた硝  
32 酸(1→40)80mLに溶かし、2分間かき混ぜた後、電位差滴定  
33 法(2.50)により0.1mol/L硝酸銀液で滴定するとき、その消  
34 費量は本品0.50gにつき1.0mL以下である。

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

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

40 乾燥減量(2.41) 7.0%以下(1g、減圧・0.67kPa以下、105℃、  
41 2時間)。

42 強熱残分(2.44) 0.3%以下(1g)。

43 定量法 本品約0.25gを精密に量り、水酸化カリウム溶液(1→  
44 5)20mLを加え、選流冷却器を付けて水浴上で2時間加熱す  
45 る。冷後、水75mL及び硝酸5mLを加える。冷後、0.1mol/L  
46 硝酸銀液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。純度試験(1)で  
47 得られた結果を用いて補正する。

48 0.1mol/L硝酸銀液1mL=15.26mg  $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$

49 貯法

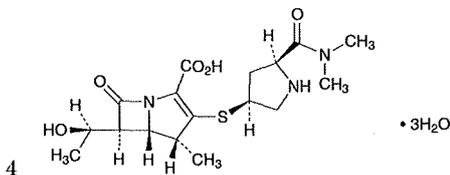
50 保存条件 遮光して保存する。

51 容器 気密容器。

## 1 メロペネム水和物

2 Meropenem Hydrate

3 メロペネム 三水和物

5  $C_{17}H_{25}N_3O_5S \cdot 3H_2O$  : 437.51

6 (4*R*,5*S*,6*S*)-3-[(3*S*,5*S*)-5-(Dimethylcarbamoyl)pyrrolidin-  
7 3-ylsulfanyl]-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-4-methyl-7-oxo-1-  
8 azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid trihydrate  
9 [119478-56-7]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり980～  
11 1010 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、メロペネム  
12 ( $C_{17}H_{25}N_3O_5S$  : 383.46)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

14 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)又はジエチル  
15 エーテルにほとんど溶けない。

16 本品は炭酸水素ナトリウム試液に溶ける。

## 17 確認試験

18 (1) 本品0.01gをとり、水2mLに溶かし、塩酸ヒドロキシ  
19 アンモニウム・エタノール試液3mLを加え、5分間放置した  
20 後、酸性硫酸アンモニウム鉄(III)試液1mLを加えて振り混ぜ  
21 るとき、液は赤褐色を呈する。22 (2) 本品及びメロペネム標準品の水溶液(3→100000)につ  
23 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
24 測定し、本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトル  
25 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  
26 様の強度の吸収を認める。27 (3) 本品及びメロペネム標準品につき、赤外吸収スペクト  
28 ル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、  
29 本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較す  
30 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  
31 の吸収を認める。32 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -17～-21°(脱水物に換算したもの)  
33 0.22g, 水, 50mL, 100mm)。34 pH(2.54) 本品0.2gを水20mLに溶かした液のpHは4.0～  
35 6.0である。

## 36 純度試験

37 (1) 溶状 本品0.5gを炭酸水素ナトリウム試液10mLに溶  
38 かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。39 比較液 : 塩化コバルト(II)の色と比較原液0.3mL及び塩化  
40 鉄(III)の色と比較原液1.2mLに薄めた塩酸(1→  
41 40)18.5mLを加える。42 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
44 下)。45 (3) 類縁物質 本品50mgをpH5.0のトリエチルアミン・  
46 リン酸緩衝液10mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液は

47 用時製する。試料溶液1mLを正確に量り、pH5.0のトリエチ  
48 ルアミン・リン酸緩衝液を加えて正確に100mLとする。こ  
49 の液3mLを正確に量り、pH5.0のトリエチルアミン・リン酸  
50 緩衝液を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶  
51 液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体ク  
52 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液  
53 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  
54 溶液のメロペネムに対する相対保持時間約0.5の開環体及び  
55 約2.2の二量体のピーク面積は、標準溶液のメロペネムのピ  
56 ーク面積より大きくなく、試料溶液のメロペネム及び上記以  
57 外のピークの面積は、標準溶液のメロペネムのピーク面積の  
58 1/3より大きくない。また、試料溶液のメロペネム以外の  
59 ピークの合計面積は、標準溶液のメロペネムのピーク面積の  
60 3倍より大きくない。

## 61 試験条件

62 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

63 カラム : 内径6.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
64 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
65 リカゲルを充てんする。

66 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

67 移動相 : pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液/ア  
68 セトニトリル混液(100 : 7)69 流量 : メロペネムの保持時間が約6分になるように調整  
70 する。

71 面積測定範囲 : メロペネムの保持時間の約7倍の範囲

## 72 システム適合性

73 検出の確認 : 標準溶液5mLを正確に量り、pH5.0のトリ  
74 エチルアミン・リン酸緩衝液を加えて正確に25mLと  
75 する。この液10 $\mu$ Lから得たメロペネムのピーク面積  
76 が、標準溶液のメロペネムのピーク面積の16～24%  
77 になることを確認する。78 システムの性能 : 試料溶液を60°Cで30分間加熱した液  
79 10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、開環体、  
80 メロペネム、二量体の順に溶出し、開環体とメロペネ  
81 ムの分離度は1.5以上である。82 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
83 で試験を6回繰り返すとき、メロペネムのピーク面積  
84 の相対標準偏差は1.5%以下である。

85 水分(2.48) 11.4～13.4%(0.35g, 容量滴定法, 直接滴定)。

86 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

87 定量法 本品及びメロペネム標準品約50mg(力価)に対応する  
88 量を精密に量り、それぞれに内標準溶液10mLを正確に加え  
89 て溶かし、pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液を加え  
90 て100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
91 び標準溶液5 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
92 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
93 るメロペネムのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求めらる。94 メロペネム( $C_{17}H_{25}N_3O_5S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

95 
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

96  $M_S$  : メロペネム標準品の秤取量[mg(力価)]97 内標準溶液 : ベンジルアルコールのpH5.0のトリエチルア  
98 ミン・リン酸緩衝液溶液(1→300)

## 2 メロペネム水和物

- 99 試験条件
- 100 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)
- 101 カラム：内径6.0mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m
- 102 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
- 103 リカゲルを充てんする。
- 104 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 105 移動相：pH5.0のトリエチルアミン・リン酸緩衝液/メ
- 106 タノール混液(5：1)
- 107 流量：メロペネムの保持時間が約7分になるように調整
- 108 する。
- 109 システム適合性
- 110 システムの性能：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 111 作するとき、メロペネム、内標準物質の順に溶出し、
- 112 その分離度は20以上である。
- 113 システムの再現性：標準溶液5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 114 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に
- 115 対するメロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は
- 116 1.0%以下である。
- 117 貯法 容器 気密容器。

1 注射用メロペネム

1 注射用メロペネム

2 Meropenem 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 対応するメロペネム(C<sub>17</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S : 383.46)を含む。

6 製法 本品は「メロペネム水和物」をとり、注射剤の製法によ  
7 り製する。

8 性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

9 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
10 臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき、  
11 波数3410cm<sup>-1</sup>, 1750cm<sup>-1</sup>, 1655cm<sup>-1</sup>, 1583cm<sup>-1</sup>及び1391cm<sup>-1</sup>  
12 付近に吸収を認める。

13 pH(2.54) 本品の表示量に従い「メロペネム水和物」  
14 0.25g(力価)に対応する量を水5mLに溶かした液のpHは7.3  
15 ～8.3である。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品の表示量に従い「メロペネム水和物」  
18 1.0g(力価)に対応する量をとり、水20mLに溶かすとき、液  
19 は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

20 比較液：塩化コバルト(II)の色の比較原液0.3mL及び塩化  
21 鉄(III)の色の比較原液1.2mLに薄めた塩酸(1→  
22 40)18.5mLを加える。

23 (2) 類縁物質 別に規定する。

24 乾燥減量(2.41) 9.5～12.0%(0.1g, 減圧・0.67kPa以下,  
25 60℃, 3時間)。

26 エンドトキシン(4.01) 0.12EU/mg(力価)未満。

27 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

28 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

29 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

30 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、  
31 適合する。

32 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

33 「メロペネム水和物」約50mg(力価)に対応する量を精密に  
34 量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶かし、pH5.0のト  
35 リエチルアミン・リン酸塩緩衝液を加えて100mLとし、試  
36 料溶液とする。別にメロペネム標準品約50mg(力価)に対応  
37 する量を精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶か  
38 し、pH5.0のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液を加えて  
39 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μL  
40 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
41 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメロペネムの  
42 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

43 メロペネム(C<sub>17</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S)の量[mg(力価)]= $M_S \times Q_T / Q_S$

44  $M_S$ : メロペネム標準品の秤取量[mg(力価)]

45 内標準溶液 ベンジルアルコールのpH5.0のトリエチルア  
46 ミン・リン酸塩緩衝液溶液(1→300)

47 試験条件

48 「メロペネム水和物」の定量法の試験条件を準用する。

49 システム適合性

50 システムの性能は「メロペネム水和物」の定量法のシス  
51 テム適合性を準用する。

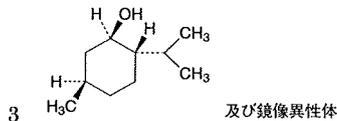
52 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
53 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に  
54 対するメロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は  
55 1.0%以下である。

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

1 dl-メントール

1 dl-メントール

2 dl-Menthol



4 C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O : 156.27

5 (1*RS*,2*SR*,5*RS*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexanol

6 [89-78-1]

7 本品は定量するとき、dl-メントール(C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O)98.0%以  
8 上を含む。

9 性状 本品は無色の結晶で、特異でそう快な芳香があり、味は  
10 初め舌をやくようで、後に清涼となる。

11 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶け  
12 やすく、水に極めて溶けにくい。

13 本品は室温で徐々に昇華する。

14 確認試験

15 (1) 本品を等量のカンフル、抱水クロラル又はチモール  
16 とすり混ぜるとき、液化する。

17 (2) 本品1gに硫酸20mLを加えて振り混ぜるとき、液は混  
18 濁して黄赤色を呈するが、3時間放置するとき、メントール  
19 のにおいのない澄明な油層を分離する。

20 凝固点 (2.42) 27~28°C

21 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -2.0~+2.0(2.5g, エタノール(95),  
22 25mL, 100mm).

23 純度試験

24 (1) 蒸発残留物 本品2.0gを水浴上で蒸発し、残留物を  
25 105°Cで2時間乾燥するとき、その量は1.0mg以下である。

26 (2) チモール 本品0.20gをとり、酢酸(100)2mL, 硫酸6  
27 滴及び硝酸2滴の冷混液を加えるとき、液は直ちに緑色~青  
28 緑色を呈しない。

29 (3) ニトロメタン又はニトロエタン 本品0.5gをフラスコ  
30 にとり、水酸化ナトリウム溶液(1→2)2mL及び過酸化水素  
31 (30)1mLを加え、還流冷却器を付け、10分間穏やかに沸騰  
32 させる。冷後、水を加えて正確に20mLとし、ろ過する。ろ  
33 液1mLをネスラー管にとり、水を加えて10mLとし、希塩酸  
34 を加えて中和し、更に希塩酸1mLを加え、冷後、スルファ  
35 ニル酸溶液(1→100)1mLを加えて2分間放置した後、*N,N*-  
36 ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶  
37 液(1→1000)1mL及び水を加えて25mLとするとき、液は直  
38 ちに赤紫色を呈しない。

39 定量法 本品約2gを精密に量り、無水ピリジン/無水酢酸混  
40 液(8 : 1)20mLを正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で  
41 2時間加熱する。次に冷却器を通じて水20mLで洗い込み、  
42 1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬 : フェ  
43 ノールフタレイン試液5滴)。同様の方法で空試験を行う。

44 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=156.3mg C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O

45 貯法

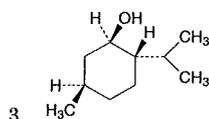
46 保存条件 冷所に保存する。

47 容器 気密容器。

1 l-メントール

1 l-メントール

2 l-Menthol



4 C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O : 156.27

5 (1*R*,2*S*,5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexanol

6 [2216-51-5]

7 本品は定量するとき、l-メントール(C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O)98.0%以上  
8 を含む。

9 性状 本品は無色の結晶で、特異でそう快な芳香があり、味は  
10 初め舌をやくようで、後に清涼となる。

11 本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに極めて溶け  
12 やすく、水に極めて溶けにくい。

13 本品は室温で徐々に昇華する。

14 確認試験

15 (1) 本品を等量のカンフル、抱水クロラール又はチモール  
16 とすり混ぜるとき、液化する。

17 (2) 本品1gに硫酸20mLを加えて振り混ぜるとき、液は混  
18 濁して黄赤色を呈するが、3時間放置するとき、メントール  
19 のにおいのない澄明な油層を分離する。

20 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -45.0~-51.0°(2.5g, エタノール  
21 (95), 25mL, 100mm).

22 融点 (2.60) 42~44°C

23 純度試験

24 (1) 蒸発残留物 本品2.0gを水浴上で蒸発し、残留物を  
25 105°Cで2時間乾燥するとき、その量は1.0mg以下である。

26 (2) チモール 本品0.20gをとり、酢酸(100)2mL, 硫酸6  
27 滴及び硝酸2滴の冷混液を加えるとき、液は直ちに緑色~青  
28 緑色を呈しない。

29 (3) ニトロメタン又はニトロエタン 本品0.5gをフラスコ  
30 にとり、水酸化ナトリウム溶液(1→2)2mL及び過酸化水素  
31 (30)1mLを加え、還流冷却器を付け、10分間穏やかに沸騰  
32 させる、冷後、水を加えて正確に20mLとし、ろ過する。ろ  
33 液1mLをネスラー管にとり、水を加えて10mLとし、希塩酸  
34 を加えて中和し、更に希塩酸1mLを加え、冷後、スルファ  
35 ニル酸溶液(1→100)1mLを加えて2分間放置した後、N,N-  
36 ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシユウ酸塩溶  
37 液(1→1000)1mL及び水を加えて25mLとするとき、液は直  
38 ちに赤紫色を呈しない。

39 定量法 本品約2gを精密に量り、無水ピリジン/無水酢酸混  
40 液(8 : 1)20mLを正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で  
41 2時間加熱する。次に冷却器を通じて水20mLで洗い込み、  
42 1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬 : フェ  
43 ノールフタレイン試液5滴)。同様の方法で空試験を行う。

44 1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=156.3mg C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O

45 貯法

46 保存条件 冷所に保存する。

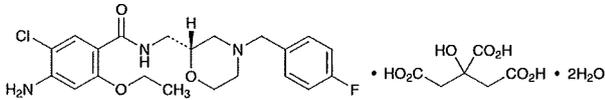
47 容器 気密容器。

1 モサプリドクエン酸塩水和物

1 モサプリドクエン酸塩水和物

2 Mosapride Citrate Hydrate

3 クエン酸モサプリド



4 及び鏡像異性体

5  $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7 \cdot 2 H_2O$  : 650.05

6 4-Amino-5-chloro-2-ethoxy-*N*-{[(2*R*)-

7 4-(4-fluorobenzyl)morpholin-2-yl]methyl}benzamide

8 monocitrate dihydrate

9 [636582-62-2]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、モサプリド  
11 クエン酸塩 ( $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$  : 614.02)98.5 ~  
12 101.0%を含む。

13 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

14 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミド又は酢酸(100)に溶け  
15 やすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(99.5)に  
16 溶けにくく、水にほとんど溶けない。

17 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性  
18 を示さない。

19 確認試験

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

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

29 (3) 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→10)はク  
30 エン酸塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

31 純度試験

32 (1) 重金属 (1.07) 本品1.0gを白金るつばにとり、第4法  
33 により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加  
34 える(20ppm以下)。

35 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール50mLに溶かし、  
36 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
37 加えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、メタ  
38 ノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶  
39 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  
40 マトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の  
41 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  
42 液のモサプリドに対する相対保持時間約0.47のピーク面積は、  
43 標準溶液のモサプリドのピーク面積の3倍より大きくなく、  
44 モサプリド及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶  
45 液のモサプリドのピーク面積より大きくない。また、試料溶  
46 液のモサプリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のモサ  
47 プリドのピーク面積の5倍より大きくない。

48 試験条件

49 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

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

53 カラム温度：40℃付近の一定温度

54 移動相A：クエン酸三ナトリウム二水和物8.82gを水  
55 800mLに溶かし、希塩酸を加えてpH4.0に調整した  
56 後、水を加えて1000mLとする。

57 移動相B：アセトニトリル

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 35	80 → 45	20 → 55

60 流量：毎分1.0mL

61 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後35分まで  
62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液4mLを正確に量り、メタノール  
64 を加えて正確に20mLとする。この液5μLから得たモ  
65 サプリドのピーク面積が、標準溶液のモサプリドのピ  
66 ーク面積の15~25%になることを確認する。

67 システムの性能：標準溶液5μLにつき、上記の条件で操  
68 作するとき、モサプリドのピークの理論段数及びシン  
69 メトリー係数は、それぞれ40000段以上、1.5以下で  
70 ある。

71 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
72 試験を6回繰り返すとき、モサプリドのピーク面積の  
73 相対標準偏差は5.0%以下である。

74 (3) 残留溶媒 別に規定する。

75 水分 (2.48) 5.0~6.5%(0.5g、容量滴定法、逆滴定)。

76 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g、白金るつば)。

77 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)70mLに溶かし、  
78 0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の  
79 方法で空試験を行い、補正する。

80 0.1mol/L過塩素酸1mL=61.40mg  $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$

81 貯法 容器 密閉容器。

## 1 モサプリドクエン酸塩散

2 Mosapride Citrate Powder

3 クエン酸モサプリド散

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>：614.02)  
6 を含む。

7 製法 本品は「モサプリドクエン酸塩水和物」をとり、顆粒剤  
8 又は散剤の製法により製する。

## 9 確認試験

10 (1) 本品を粉末とし、表示量に従いモサプリドクエン酸塩  
11 (C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)10mgに対応する量を取り、希酢  
12 酸10mLを加え、10分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mL  
13 にドラーゲンドルフ試液0.3mLを加えるとき、だいだい色の  
14 沈殿を生じる。

15 (2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
16 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長271～  
17 275nm及び306～310nmに吸収の極大を示す。

18 純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従いモサプ  
19 リドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)10mgに対応する  
20 量を取り、水1mLを加えて潤す。更に、メタノール9mLを  
21 加えて20分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶  
22 液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて  
23 正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノール  
24 を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
25 標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
26 グラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々  
27 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  
28 モサプリドに対する相対保持時間約0.60及び約0.85のピーク  
29 面積は、標準溶液のモサプリドのピーク面積より小さくなく、  
30 モサプリド及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のモサ  
31 プリドのピーク面積の2/5より大きくない。また、試料溶  
32 液のモサプリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のモサ  
33 プリドのピーク面積の2倍より大きくない。

## 34 試験条件

35 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B及び  
36 流量は「モサプリドクエン酸塩水和物」の純度試験  
37 (2)の試験条件を準用する。

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～40	85→45	15→55

40 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後40分まで  
41 システム適合性

42 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
43 を加えて正確に25mLとする。この液10 $\mu$ Lから得た  
44 モサプリドのピーク面積が、標準溶液のモサプリドの  
45 ピーク面積の3.0～5.0%になることを確認する。

46 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
47 操作するとき、モサプリドのピークの理論段数及びシン  
48 ンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、1.5以下  
49 である。

50 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
51 で試験を6回繰り返すとき、モサプリドのピーク面積  
52 の相対標準偏差は3.0%以下である。

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

55 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、水5mLを加え、  
56 振り混ぜる。次にメタノール20mLを加え、20分間振り混ぜ  
57 た後、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液を遠  
58 心分離し、上澄液V mLを正確に量り、1mL中にモサプリド  
59 クエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)約20 $\mu$ gを含む液になる  
60 ようにメタノールを加えて正確にV' mLとし、試料溶液  
61 とする。以下定量法を準用する。

62 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の量(mg)  
63  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/50$

64 M<sub>S</sub>：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取  
65 量(mg)

66 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パド  
67 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間  
68 の溶出率は70%以上である。

69 本品の表示量に従いモサプリドクエン酸塩  
70 (C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)約2.5mgに対応する量を精密に量  
71 り、試験を開始し、規定された時間に溶出液20mL以上をと  
72 り、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。  
73 初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に  
74 定量用クエン酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水  
75 和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約30mg  
76 を精密に量り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。こ  
77 の液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、  
78 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確に  
79 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
80 験を行い、それぞれの液のモサプリドのピーク面積A<sub>T</sub>及び  
81 A<sub>S</sub>を測定する。

82 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の表示量に  
83 対する溶出率(%)

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

85 M<sub>S</sub>：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取  
86 量(mg)

87 M<sub>T</sub>：本品の秤取量(g)

88 C：1g中のモサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・  
89 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の表示量(mg)

## 90 試験条件

91 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

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

95 カラム温度：40℃付近の一定温度

96 移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物8.82gを水  
97 800mLに溶かし、希塩酸を加えてpH3.3に調整した  
98 後、水を加えて1000mLとする。この液240mLにメ  
99 タノール90mL及びアセトニトリル70mLを加える。

100 流量：モサプリドの保持時間が約9分になるように調整

## 2 モサプリドクエン酸塩散

- 101 する。
- 102 システム適合性
- 103 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 104 操作するとき、モサプリドのピークの理論段数及びシ
- 105 ンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下で
- 106 ある。
- 107 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 108 で試験を6回繰り返すとき、モサプリドのピーク面積
- 109 の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 110 定量法 本品を粉末とし、モサプリドクエン酸塩
- 111 ( $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$ )約10mgに対応する量を精密に量
- 112 り、水2mLを加えて潤す。次にメタノール70mLを加え、20
- 113 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に100mLとし、
- 114 遠心分離する。上澄液10mLを正確に量り、メタノールを加
- 115 えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に定量用クエン
- 116 酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水和物」と同様
- 117 の方法で水分(2.48)を測定しておく)約53mgを精密に量り、
- 118 メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを
- 119 正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとし、標準溶
- 120 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
- 121 定法(2.24)により試験を行い、波長273nmにおける吸光度
- 122  $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。
- 123 モサプリドクエン酸塩( $C_{21}H_{25}ClFN_3O_3 \cdot C_6H_8O_7$ )の量(mg)
- 124  $= M_S \times A_T / A_S \times 1/5$
- 125  $M_S$ ：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取
- 126 量(mg)
- 127 貯法 容器 気密容器。

1 モサプリドクエン酸塩錠

2 Mosapride Citrate Tablets

3 クエン酸モサプリド錠

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
5 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>；614.02)  
6 を含む。

7 製法 本品は「モサプリドクエン酸塩水和物」をとり、錠剤の  
8 製法により製する。

9 確認試験

10 (1) 本品を粉末とし、表示量に従いモサプリドクエン酸塩  
11 (C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)10mgに対応する量を取り、希酢  
12 酸10mLを加え、10分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mL  
13 にドラーゲンドルフ試液0.3mLを加えるとき、だいたい色の  
14 沈殿を生じる。

15 (2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
16 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長271～  
17 275nm及び306～310nmに吸収の極大を示す。

18 純度試験 類縁物質 本品20個以上をとり、粉末とする。表  
19 示量に従いモサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・  
20 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)10mgに対応する量を取り、水1mLを加えて潤す。  
21 更に、メタノール9mLを加えて20分間振り混ぜた後、遠心  
22 分離し、上澄液を試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
23 り、メタノールを加えて正確に20mLとする。この液2mLを  
24 正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLとし、標準溶  
25 液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、  
26 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
27 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  
28 定するとき、試料溶液のモサプリドに対する相対保持時間約  
29 0.60及び約0.85のピーク面積は、標準溶液のモサプリドのピ  
30 ーク面積より大きくなく、モサプリド及び上記のピーク以外  
31 のピークの面積は、標準溶液のモサプリドのピーク面積の2  
32 /5より大きくない。また、試料溶液のモサプリド以外のピ  
33 ークの合計面積は、標準溶液のモサプリドのピーク面積の2  
34 倍より大きくない。

35 試験条件

36 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B及び  
37 流量は「モサプリドクエン酸塩水和物」の純度試験  
38 (2)の試験条件を準用する。

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～40	85→45	15→55

41 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後40分まで  
42 システム適合性

43 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
44 を加えて正確に25mLとする。この液10μLから得た  
45 モサプリドのピーク面積が、標準溶液のモサプリドの  
46 ピーク面積の3.0～5.0%になることを確認する。

47 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
48 操作するとき、モサプリドのピークの理論段数及びシ  
49 ンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、1.5以下

50 である。

51 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
52 で試験を6回繰り返すとき、モサプリドのピーク面積  
53 の相対標準偏差は3.0%以下である。

54 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  
55 き、適合する。

56 本品1個をとり、水5mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させ  
57 る。次にメタノール20mLを加え、20分間振り混ぜた後、メ  
58 タノールを加えて正確に50mLとする。この液を遠心分離し、  
59 上澄液V mLを正確に量り、1mL中にモサプリドクエン酸塩  
60 (C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)約20μgを含む液となるようにメ  
61 タノールを加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。以  
62 下定量法を準用する。

63 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の量(mg)  
64 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub> × V'/V × 1/50

65 M<sub>S</sub>：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取  
66 量(mg)

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

70 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
71 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
72 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
73 正確に量り、表示量に従い1mL中にモサプリドクエン酸塩  
74 (C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)約2.8μgを含む液となるように試  
75 験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定  
76 量用クエン酸モサプリド(別途「モサプリドクエン酸塩水和  
77 物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約30mgを  
78 精密に量り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この  
79 液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に200mLとし、  
80 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μLずつを正確に  
81 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
82 験を行い、それぞれの液のモサプリドのピーク面積A<sub>T</sub>及び  
83 A<sub>S</sub>を測定する。

84 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の表示量に  
85 対する溶出率(%)

$$86 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

87 M<sub>S</sub>：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取  
88 量(mg)

89 C：1錠中のモサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>・  
90 C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の表示量(mg)

91 試験条件

92 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

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

96 カラム温度：40℃付近の一定温度

97 移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物8.82gを水  
98 800mLに溶かし、希塩酸を加えてpH3.3に調整した  
99 後、水を加えて1000mLとする。この液240mLにメ  
100 タノール90mL及びアセトニトリル70mLを加える。

## 2 モサプリドクエン酸塩錠

101 流量：モサプリドの保持時間が約9分になるように調整  
102 する。

103 システム適合性

104 システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
105 操作するとき、モサプリドのピークの理論段数及びシ  
106 ンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下で  
107 ある。

108 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
109 で試験を6回繰り返すとき、モサプリドのピーク面積  
110 の相対標準偏差は2.0%以下である。

111 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
112 とする。モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)約  
113 10mgに対応する量を精密に量り、水2mLを加えて潤す。次  
114 にメタノール70mLを加え、20分間振り混ぜた後、メタノール  
115 を加えて正確に100mLとし、遠心分離する。上澄液10mL  
116 を正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとし、試料  
117 溶液とする。別に定量用クエン酸モサプリド(別途「モサプ  
118 リドクエン酸塩水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定  
119 しておく)約53mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確  
120 に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノールを  
121 加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
122 準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を  
123 行い、波長273nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

124 モサプリドクエン酸塩(C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClFN<sub>3</sub>O<sub>3</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>)の量(mg)  
125  $=M_S \times A_T / A_S \times 1/5$

126 M<sub>S</sub>：脱水物に換算した定量用クエン酸モサプリドの秤取  
127 量(mg)

128 貯法 容器 気密容器。

1 モノステアリン酸アルミニウム

1 モノステアリン酸アルミニウム

2 Aluminum Monostearate

3 本品は主としてステアリン酸(C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>: 284.48)及びパル  
4 ミチン酸(C<sub>16</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub>: 256.42)のアルミニウム化合物である。

5 本品を乾燥したものは定量するとき、アルミニウム(Al:  
6 26.98)7.2~8.9%を含む。

7 性状 本品は白色~黄白色の粉末で、においはないか、又はわ  
8 ずかに特異なにおいがある。

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

11 確認試験

12 (1) 本品3gに塩酸30mLを加え、しばしば振り混ぜながら  
13 水浴中で10分間加熱し、冷後、水50mL及びジエチルエー  
14 テル30mLを加え、3分間激しく振り混ぜた後、放置する。水  
15 層を分取し、わずかに混濁を生じるまで水酸化ナトリウム試  
16 液を加えた後、ろ過した液はアルミニウム塩の定性反応  
17 (1.09)を呈する。

18 (2) (1)のジエチルエーテル層を分取し、水20mLずつで2  
19 回洗った後、水浴上でジエチルエーテルを留去するとき、残  
20 留物の融点(1.13)は54°C以上である。

21 脂肪酸の酸価(1.13) 193~210 確認試験(2)で得た脂肪酸約  
22 1gを精密に量り、250mLの共栓フラスコに精密に量り、ジ  
23 エチルエーテル/エタノール(95)混液(2:1)100mLを加え、  
24 加温して溶かし、フェノールフタレイン試液数滴を加え、以  
25 下酸価の試験を行う。

26 純度試験

27 (1) 遊離脂肪酸 本品1.0gに中和エタノール/ジエチルエ  
28 ーテル混液(1:1)約50mLを加えて振り混ぜ、乾燥ろ紙でろ  
29 過し、容器及びろ紙を中和エタノール/ジエチルエーテル混  
30 液(1:1)の少量で洗い、洗液をろ液に合わせ、0.1mol/L水酸  
31 化カリウム液2.1mLを加えるとき、液の色は赤色である。

32 (2) 可溶性塩 本品2.0gを三角フラスコにとり、水80mL  
33 を加え、ゆるく栓をして時々振り混ぜながら水浴上で30分  
34 間加熱し、冷後、乾燥ろ紙でろ過し、水少量で洗い、ろ液及  
35 び洗液を合わせ、水を加えて100mLとし、その50mLをとり、  
36 水浴上で蒸発し、更に600°Cで強熱するとき、残留物の量は  
37 10.0mg以下である。

38 (3) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、注意しながら初め  
39 は弱く加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、薄めた塩酸  
40 (1→2)10mLを加え、水浴上で蒸発し、残留物に水20mLを  
41 加えて1分間煮沸する。冷後、ろ過し、水で洗い、ろ液及び  
42 洗液を合わせ、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。こ  
43 れを検液とし、試験を行う。比較液は薄めた塩酸(1→  
44 2)10mLを水浴上で蒸発乾固し、希酢酸2mL、鉛標準液  
45 5.0mL及び水を加えて50mLとする(50ppm以下)。

46 (4) ヒ素(1.11) 本品1.0gに硝酸マグネシウム六水和物  
47 2gを混和し、弱い炎で灰化し、冷後、残留物に硝酸0.5mL  
48 を加えて潤した後、再び加熱し、この残留物に希硫酸10mL  
49 を加え、白煙を発生するまで加熱し、水を加えて5mLとし、  
50 これを検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

51 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

52 定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、弱い炎で灰

53 化し、冷後、硝酸0.5mLを滴加し、水浴上で加熱して蒸発し  
54 た後、900~1100°Cで恒量になるまで強熱し、冷後、速やか  
55 にその質量を量り、酸化アルミニウム(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 101.96)の量  
56 とする。

57 アルミニウム(Al)の量(mg)  
58 =酸化アルミニウム(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の量(mg)×0.529

59 貯法 容器 密閉容器。

## 1 モノステアリン酸グリセリン

### 1 モノステアリン酸グリセリン

2 Glyceryl Monostearate

3 グリセリンモノステアリン酸エステル

4 本品は $\alpha$ -及び $\beta$ -グリセリルモノステアレートとその  
5 他のグリセリンの脂肪酸エステルとの混合物である。

6 性状 本品は白色～淡黄色のろう様の塊，薄片又は粒で，わず  
7 かに特異なおい及び味がある。

8 本品は温エタノール(95)に極めて溶けやすく，クロロホル  
9 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，  
10 水又はエタノール(95)にほとんど溶けない。

11 本品は光によって徐々に変化する。

#### 12 確認試験

13 (1) 本品0.2gに硫酸水素カリウム0.5gを加えてほとんど炭  
14 化するまで加熱するとき，アクロレインの刺激臭を發する。

15 (2) 本品0.1gにエタノール(95)2mLを加え，加温して溶か  
16 し，希硫酸5mLを加え，水浴中で30分間加熱した後，冷却  
17 するとき，白色～黄色の固体を析出する。この固体を分離し，  
18 これにジエチルエーテル3mLを加えて振り混ぜるとき，溶  
19 ける。

20 融点 (1.13) 55°C以上。

21 酸価 (1.13) 15以下。

22 けん化価 (1.13) 157～170

23 ヨウ素価 (1.13) 3.0以下。ただし，シクロヘキサンの代わり  
24 にクロロホルムを用いる。

25 純度試験 液性 本品1.0gに熱湯20mLを加え，振り混ぜなが  
26 ら冷却した液は中性である。

27 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

#### 28 貯法

29 保存条件 遮光して保存する。

30 容器 気密容器。

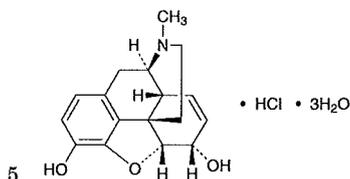
1 モルヒネ塩酸塩水和物

1 モルヒネ塩酸塩水和物

2 Morphine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸モルヒネ

4 モルヒネ塩酸塩



6  $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$  : 375.84

7 (5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-

8 3,6-diol monohydrochloride trihydrate

9 [6055-06-7]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、モルヒネ塩  
11 酸塩( $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$  : 321.80)98.0~102.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、メタノー  
14 ルにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくい。

15 本品は光によって徐々に黄褐色を帯びる。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→10000)につき、紫外可視吸光度測  
18 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
19 トルと本品の参照スペクトル1を比較するとき、両者のスペ  
20 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。ま  
21 た、本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→10000)につき、  
22 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
23 し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル2を比較する  
24 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  
25 吸収を認める。

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

30 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
31 呈する。

32 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -111~-116°(脱水物に換算したも  
33 の0.5g, 水, 25mL, 100mm)。

34 pH(2.54) 本品0.10gを水10mLに溶かした液のpHは4.0~  
35 6.0である。

36 純度試験

37 (1) 溶状 本品0.40gを水10mLに溶かすとき、液は澄明  
38 である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法  
39 (2.24)により試験を行うとき、波長420nmにおける吸光度  
40 は0.12以下である。

41 (2) 硫酸塩 本品0.20gを水5mLに溶かし、塩化バリウム  
42 試液2~3滴を加えるとき、液は混濁しない。

43 (3) メコン酸 本品0.20gを水5mLに溶かし、希塩酸5mL  
44 及び塩化鉄(III)試液2滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

45 (4) 類縁物質 本品0.1gを薄めたエタノール(95)(1→  
46 2)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量

47 り、薄めたエタノール(95)(1→2)を加えて正確に200mLとし、  
48 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  
49 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLず  
50 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用  
51 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)  
52 /トルエン/アセトン/アンモニア水(28)混液(14 : 14 : 7 :  
53 1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。  
54 これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から  
55 得た主スポット以外のスポットは、標準溶液のスポットより  
56 濃くない。

57 水分(2.48) 13~15%(0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

58 強熱残分(2.44) 0.1%以下(0.5g)。

59 定量法 本品約0.5gを精密に量り、ギ酸3.0mLに溶かし、無水  
60 酢酸/酢酸(100)混液(7 : 3)100mLを加えて混和し、  
61 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
62 方法で空試験を行い、補正する。

63 0.1mol/L過塩素酸1mL=32.18mg  $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$

64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。

66 容器 気密容器。

## 1 モルヒネ塩酸塩錠

2 Morphine Hydrochloride Tablets

3 塩酸モルヒネ錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O：375.84)を  
6 含む。

7 製法 本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり、錠剤の製法に  
8 より製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水  
10 和物」0.01gに対応する量を取り、水100mLを加えて10分間  
11 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定  
12 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長283~  
13 287nmに吸収の極大を示す。また、本品を粉末とし、表示  
14 量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01gに対応する量をと  
15 り、希水酸化ナトリウム試液100mLを加えて10分間振り混  
16 ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法  
17 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長296~  
18 300nmに吸収の極大を示す。

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

21 本品1個をとり、モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・  
22 HCl・3H<sub>2</sub>O)2mg当たり内標準溶液1mLを正確に加え、超音  
23 波処理により粒子を小さく分散させた後、更に時々振り混ぜ  
24 ながら15分間超音波処理し、1mL中にモルヒネ塩酸塩水和  
25 物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)約0.4mgを含む液になるように  
26 水を加えてV mLとする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液  
27 とする。以下定量法を準用する。

28 モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
29  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50 \times 1.168$

30  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

31 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

32 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
33 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は  
34 85%以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
36 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
37 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶  
38 液とする。別に定量用塩酸モルヒネ(別途「モルヒネ塩酸塩  
39 水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約  
40 28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。こ  
41 の液2mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準  
42 溶液とする。試料溶液及び標準溶液25μLずつを正確にとり、  
43 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
44 い、それぞれの液のモルヒネのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定  
45 する。

46 モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)の表示量に  
47 対する溶出率(%)

$$48 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / C \times 36 \times 1.168$$

49  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

50 C: 1錠中のモルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・

51 3H<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

52 試験条件

53 定量法の試験条件を準用する。

54 システム適合性

55 システムの性能: 標準溶液25μLにつき、上記の条件で  
56 操作するとき、モルヒネのピークの理論段数及びシン  
57 メトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下であ  
58 る。

59 システムの再現性: 標準溶液25μLにつき、上記の条件  
60 で試験を6回繰り返すとき、モルヒネのピーク面積の  
61 相対標準偏差は2.0%以下である。

62 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
63 とする。モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)約  
64 20mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液10mLを正確  
65 に加え、10分間超音波抽出した後、水を加えて50mLとする。  
66 この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸モ  
67 ルヒネ約25mgを精密に量り、内標準溶液10mLを正確に加  
68 えて溶かした後、水を加えて50mLとし、標準溶液とする。  
69 試料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマ  
70 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
71 ク面積に対するモルヒネのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め  
72 る。

73 モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
74  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.168$

75  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

76 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

77 試験条件

78 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 285nm)

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

82 カラム温度: 40℃付近の一定温度

83 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
84 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
85 を加えてpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
86 ヒドロフラン70mLを混和する。

87 流量: モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
88 する。

89 システム適合性

90 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
91 操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、  
92 その分離度は3以上である。

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

97 貯法

98 保存条件 遮光して保存する。

99 容器 気密容器。

1 モルヒネ塩酸塩注射液

1 モルヒネ塩酸塩注射液

2 Morphine Hydrochloride Injection

3 塩酸モルヒネ注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
6 モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O：375.84)を  
7 含む。

8 製法 本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり、注射剤の製法  
9 により製する。

10 性状 本品は無色～微黄褐色澄明の液である。

11 本品は光によって徐々に黄褐色を帯びる。

12 pH：2.5～5.0

13 確認試験 本品の表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」  
14 0.04gに対応する容量をとり、水を加えて20mLとし、試料  
15 溶液とする。試料溶液5mLに水を加えて100mLとする。こ  
16 の液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
17 クトルを測定するとき、波長283～287nmに吸収の極大を示  
18 す。また、試料溶液5mLに希水酸化ナトリウム試液を加え  
19 て100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
20 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長296～  
21 300nmに吸収の極大を示す。

22 エンドトキシン(4.01) 1.5EU/mg未満。

23 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

24 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

25 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

26 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、  
27 適合する。

28 定量法 本品のモルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・  
29 3H<sub>2</sub>O)約80mgに対応する容量を正確に量り、水を加えて正  
30 確に20mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液  
31 10mLを正確に加え、更に水を加えて50mLとし、試料溶液  
32 とする。別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に量り、内  
33 標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、水を加えて  
34 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
35 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
36 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピ  
37 ーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

38 モルヒネ塩酸塩水和物(C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>・HCl・3H<sub>2</sub>O)の量(mg)  
39  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 4 \times 1.168$

40  $M_S$ ：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

41 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光度計(測定波長：285nm)

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

47 カラム温度：40℃付近の一定温度

48 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
49 →1000)500mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液  
50 を加えてpH3.0に調整する。この液240mLにテトラ  
51 ヒドロフラン70mLを混和する。

52 流量：モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
53 する。

54 システム適合性

55 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
56 操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、  
57 その分離度は3以上である。

58 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
59 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
60 に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は  
61 1.0%以下である。

62 貯法

63 保存条件 遮光して保存する。

64 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 モルヒネ・アトロピン注射液

1 モルヒネ・アトロピン注射液

2 Morphine and Atropine Injection

3 モヒアト注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、モルヒネ塩酸塩水和物  
6  $(C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O : 375.84)0.91 \sim 1.09w/v\%$ 及びア  
7 トロピン硫酸塩水和物  $[(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O :$   
8  $694.83]0.027 \sim 0.033w/v\%$ を含む。

9 製法

モルヒネ塩酸塩水和物	10g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

10 以上をとり、注射剤の製法により製する。

11 性状 本品は無色澄明の液である。

12 本品は光によって徐々に着色する。

13 pH: 2.5~5.0

14 確認試験 本品2mLにアンモニア試液2mLを加え、ジエチル  
15 エーテル10mLで抽出し、ジエチルエーテル層をろ紙でろ過  
16 する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物にエタノール  
17 (99.5)1mLを加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸モル  
18 ヒネ0.1g及び硫酸アトロピン3mgをそれぞれ水10mLずつに  
19 溶かした液2mLずつにつき、試料溶液の調製と同様に操作  
20 して得た液を、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。これら  
21 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を  
22 行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)10 $\mu$ Lずつを薄  
23 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  
24 にスポットする。次にメタノール/アンモニア水(28)混液  
25 (200:3)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
26 乾する。これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、  
27 試料溶液から得た2個のスポットは、それぞれ標準溶液(1)及  
28 び標準溶液(2)から得ただいたい色のスポットと色調及び $R_f$   
29 値が等しい(モルヒネ及びアトロピン)。

30 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

31 定量法

32 (1) モルヒネ塩酸塩水和物 本品2mLを正確に量り、内  
33 標準溶液10mLを正確に加えた後、水を加えて50mLとし、  
34 試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ約25mgを精密に  
35 量り、内標準溶液10mLを正確に加えて溶かした後、水を加  
36 えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20  
37  $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
38 り試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するモルヒネの  
39 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

40 モルヒネ塩酸塩水和物  $(C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O)$ の量(mg)  
41  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.168$

42  $M_S$ : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

43 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→500)

44 試験条件

45 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 285nm)

46 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ m

47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
48 リカゲルを充てんする。

49 カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

50 移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
51 →1000)500mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加  
52 えてpH3.0に調整する。この液240mLにテトラヒド  
53 ロフラン70mLを加えて混和する。

54 流量: モルヒネの保持時間が約10分になるように調整  
55 する。

56 システム適合性

57 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
58 操作するとき、モルヒネ、内標準物質の順に溶出し、  
59 その分離度は3以上である。

60 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
61 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
62 に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は  
63 1.0%以下である。

64 (2) アトロピン硫酸塩水和物 本品2mLを正確に量り、  
65 内標準溶液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別にアト  
66 ロピン硫酸塩標準品(別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同  
67 様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約15mgを精密  
68 に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正  
69 確に量り、内標準溶液2mLを正確に加え、標準溶液とする。  
70 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
71 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
72 ク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
73 める。

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

$$76 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25 \times 1.027$$

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

79 内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液(1→12500)

80 試験条件

81 カラム, カラム温度及び移動相は定量法(1)の試験条件  
82 を準用する。

83 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 225nm)

84 流量: モルヒネの保持時間が約7分になるように調整す  
85 る。

86 システム適合性

87 システムの性能: 試料溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
88 操作するとき、モルヒネ、内標準物質、アトロピンの  
89 順に溶出し、モルヒネと内標準物質の分離度は3以上  
90 である。

91 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
92 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
93 に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差  
94 は1.0%以下である。

95 貯法

96 保存条件 遮光して保存する。

97 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

## 1 薬用石ケン

### 1 薬用石ケン

#### 2 Medicinal Soap

3 本品は脂肪酸のナトリウム塩である。

4 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は粒で、敗油性でない特  
5 異なにおいがある。

6 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくい。

7 本品の水溶液(1→100)はアルカリ性である。

8 脂肪酸 本品25gを熱湯300mLに溶かし、希硫酸60mLを徐々  
9 に加え、水浴中で20分間加熱する。冷後、析出物をろ取り、  
10 洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで温  
11 湯で洗い、小ビーカーに移し、水分が分離して脂肪酸が澄明  
12 になるまで水浴上で加熱し、温時小ビーカーにろ過し、  
13 100℃で20分間乾燥したものにつき、油脂試験法 (1.13) に  
14 より試験を行うとき、脂肪酸の凝固点は18～28℃、酸価は  
15 185～205及びヨウ素価は82～92である。

#### 16 純度試験

17 (1) 酸又はアルカリ 本品5.0gに中和エタノール85mLを  
18 に加え、水浴上で加熱して溶かし、熱時脱脂綿を用いてろ過し、  
19 容器及び残留物を熱中和エタノール5mLずつで3回洗い、ろ  
20 液及び洗液を合わせ、熱中和エタノールを加えて100mLと  
21 する。これを試料溶液とし、70℃で速やかに次の試験を行  
22 う。

23 (i) 試料溶液40mLにフェノールフタレイン試液3滴及び  
24 0.1mol/L水酸化ナトリウム液0.20mLを加えるとき、液は赤  
25 色である。

26 (ii) 試料溶液40mLにフェノールフタレイン試液3滴及び  
27 0.05mol/L硫酸0.20mLを加えるとき、液は赤色を呈しない。

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

31 (3) エタノール不溶物 本品約2gを精密に量り、中和エ  
32 タノール100mLを加え、加温して溶かし、ガラスろ過器  
33 (G4)を用いてろ過する。残留物を熱中和エタノール100mL  
34 で洗い、105℃で4時間乾燥するとき、その量は1.0%以下で  
35 ある。

36 (4) 水不溶物 (3)の乾燥物を水200mLで洗い、105℃で4  
37 時間乾燥するとき、その量は0.15%以下である。

38 (5) 炭酸アルカリ (4)の洗液にメチルオレンジ試液3滴及  
39 び0.05mol/L硫酸2mLを加えるとき、液は赤色である。

40 乾燥減量 粉末のもの5.0%以下、粒のもの10.0%以下。本品  
41 約0.5gを質量既知のビーカーに精密に量り、105℃で1時間  
42 乾燥した海砂(1号)10gを加え、再び質量を量り、エタノール  
43 (95)10mLを加え、よくかき混ぜながら水浴上で蒸発乾固し  
44 た後、105℃で3時間乾燥する。

45 貯法 容器 密閉容器。

## 1 薬用炭

### 1 薬用炭

#### 2 Medicinal Carbon

3 性状 本品は黒色の粉末で、におい及び味はない。

4 確認試験 本品0.5gを試験管に入れ、送風しながら直火で加熱  
5 するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化  
6 カルシウム試液中に通じるとき、白濁を生じる。

#### 7 純度試験

8 (1) 液性 本品3.0gに水60mLを加え、5分間煮沸し、冷  
9 後、水を加えてもとの容積とし、ろ過する。ろ液は無色で、  
10 中性である。

11 (2) 塩化物 (1.03) (1)のろ液4.0mLをネスラー管にとり、  
12 希硝酸6mL及びび水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
13 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.80mLを加える  
14 (0.142%以下)。

15 (3) 硫酸塩 (1.14) (1)のろ液5mLをネスラー管にとり、  
16 希塩酸1mL及びび水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
17 試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える  
18 (0.192%以下)。

19 (4) 硫化物 本品0.5gに希塩酸15mL及びび水10mLを加え  
20 て煮沸するとき、5分間以内に発生するガスは酢酸鉛(II)紙  
21 を褐変しない。

22 (5) シアン化合物 本品5gを蒸留フラスコに入れ、L-酒  
23 石酸2g及びび水50mLを加え、蒸留装置に連結する。受器には  
24 水酸化ナトリウム試液2mL及びび水10mLを入れ、冷却器の下  
25 端をこの液に浸し、受器を氷冷し、留液25mLを得るまで蒸  
26 留し、これに水を加えて50mLとし、この液25mLに硫酸鉄  
27 (II)七水和物溶液(1→20)1mLを加え、ほとんど沸騰するま  
28 で加熱し、冷後、ろ過し、ろ液に塩酸1mL及びび希塩化鉄(III)  
29 試液0.5mLを加えるとき、青色を呈しない。

30 (6) 酸可溶物 本品約1gを精密に量り、水20mL及びび塩酸  
31 5mLを加えて5分間煮沸した後、ろ過し、残留物を熱湯  
32 10mLで洗い、ろ液及びび洗液を合わせ、硫酸5滴を加えて蒸  
33 発した後、強熱するとき、残留物は3.0%以下である。

34 (7) 重金属 (1.07) 本品0.5gをとり、第2法により操作し、  
35 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(50ppm以  
36 下)。

37 (8) 亜鉛 本品0.5gを強熱して灰化し、残留物に希硝酸  
38 5mLを加え、穏やかに5分間煮沸してろ過し、水10mLで洗  
39 い、ろ液及びび洗液を合わせ、アンモニア試液3mLを加えて  
40 ろ過し、水で洗いながら洗液をろ液に合わせて25mLとし、  
41 この液に硫化ナトリウム試液1滴を加え、3分間放置する  
42 とき、液は混濁しない。

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

45 乾燥減量 (2.41) 15.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

46 強熱残分 (2.44) 4%以下(1g)。

#### 7 吸着力

48 (1) 本品を乾燥し、その1.0gをとり、硫酸キニーネ  
49 120mgを水100mLに溶かした液を加え、5分間激しく振り混  
50 ぜ、直ちにろ過し、初めのろ液20mLを除き、次のろ液  
51 10mLをとり、ヨウ素試液5滴を加えるとき、液は混濁しな  
52 い。

53 (2) メチレンブルー250mgを正確に量り、水に溶かし正  
54 確に250mLとし、この液50mLずつを2個の共栓フラスコ中  
55 に正確に量り、一方のフラスコに、本品を乾燥し、その  
56 250mgを正確に量って加え、5分間激しく振り混ぜる。各フ  
57 ラスコの内容物をそれぞれ、ろ過し、初めのろ液20mLを除  
58 き、次のろ液25mLを正確に量り、250mLのメスフラスコに  
59 入れる。各メスフラスコに酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→  
60 10)50mLを加え、揺り動かしながら正確に0.05mol/Lヨウ素  
61 液35mLを加え、しばしば激しく振り混ぜて50分間放置した  
62 後、水を加えてそれぞれ250mLとする。10分間放置した後、  
63 20°C以下でろ過し、初めのろ液30mLを除き、次のろ液  
64 100mLずつを正確に量り、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫  
65 酸ナトリウム液で滴定(2.50)する。各液の滴定に要した  
66 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の量の差は1.2mL以上である。  
67 貯法 容器 密閉容器。

1 ヤシ油

1 ヤシ油

2 Coconut Oil

3 OLEUM COCOIS

4 椰子油

5 本品はココヤシ *Cocos nucifera* Linné (*Palmae*)の種子か  
6 ら得た脂肪油である。

7 性状 本品は白色～淡黄色の塊又は無色～淡黄色澄明の油で、  
8 わずかに特異なおいがあり、味は緩和である。

9 本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく、  
10 水にほとんど溶けない。

11 本品は15℃以下で凝固し、堅くてもろい塊となる。

12 融点：20～28℃

13 酸価 (1.13) 0.2以下。

14 けん化価 (1.13) 246～264

15 不けん化物 (1.13) 1.0%以下。

16 ヨウ素価 (1.13) 7～11

17 貯法 容器 気密容器。

## 1 ユーカリ油

2 Eucalyptus Oil

3 OLEUM EUCALYPTI

4 本品はユーカリノキ *Eucalyptus globulus* Labillardière 又  
5 はその他近縁植物 (*Myrtaceae*) の葉を水蒸気蒸留して得た精  
6 油である。

7 本品は定量するとき、シネオール ( $C_{10}H_{18}O$  :  
8  $154.25$ )  $70.0\%$  以上を含む。

9 性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、特異な芳香及び刺激性  
10 の味がある。

11 本品は中性である。

12 確認試験 本品  $1\text{mL}$  にリン酸  $1\text{mL}$  を加えて強く振り混ぜた後、  
13 放置するとき、 $30$  分以内に固まる。

14 屈折率  $(2.45)$   $n_D^{20}$  :  $1.458\sim 1.470$

15 比重  $(1.13)$   $d_{20}^{20}$  :  $0.907\sim 0.927$

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品  $1.0\text{mL}$  は薄めたエタノール ( $7\rightarrow 10$ )  $5\text{mL}$  に  
18 澄明に混和する。

19 (2) 重金属  $(1.07)$  本品  $1.0\text{mL}$  をとり、第2法により操作  
20 し、試験を行う。比較液には鉛標準液  $4.0\text{mL}$  を加える  
21 ( $40\text{ppm}$  以下)。

22 定量法 本品約  $0.1\text{g}$  を精密に量り、ヘキサンに溶かし、正確に  
23  $25\text{mL}$  とする。この液  $5\text{mL}$  を正確に量り、内標準溶液  $5\text{mL}$  を  
24 正確に加え、更にヘキサンを加えて正確に  $100\text{mL}$  とし、試  
25 料溶液とする。別に定量用シネオール約  $0.1\text{g}$  を精密に量り、  
26 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  
27 び標準溶液  $2\mu\text{L}$  につき、次の条件でガスクロマトグラフィー  
28  $(2.02)$  により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピ  
29 ーク面積に対するシネオールのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を  
30 求める。

31 シネオール ( $C_{10}H_{18}O$ ) の量 (mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

32  $M_S$  : 定量用シネオールの秤取量 (mg)

33 内標準溶液 アニソールのヘキサン溶液 ( $1\rightarrow 250$ )

34 操作条件

35 検出器 : 水素炎イオン化検出器

36 カラム : 内径約  $3\text{mm}$ 、長さ約  $5\text{m}$  のガラス管にガスクロ  
37 マトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エス  
38 テルをシラン処理した  $150\sim 180\mu\text{m}$  のガスクロマトグ  
39 ラフィー用ケイソウ土に  $10\%$  の割合で被覆したもの  
40 を充てんする。

41 カラム温度 :  $120^\circ\text{C}$  付近の一定温度

42 キャリヤース : 窒素

43 流量 : シネオールの保持時間が約  $11$  分になるように調  
44 整する。

45 カラムの選定 : シネオール及びリモネン  $0.1\text{g}$  ずつをヘキ  
46 サン  $25\text{mL}$  に溶かす。この液  $1\text{mL}$  を量り、ヘキサンを  
47 加えて  $20\text{mL}$  とする。この液約  $2\mu\text{L}$  につき、上記の条  
48 件で操作するとき、リモネン、シネオールの順に流出  
49 し、その分離度が  $1.5$  以上のものを用いる。

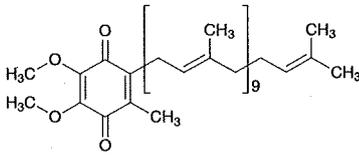
50 貯法

51 保存条件 遮光して保存する。

1 ユビデカレノン

1 ユビデカレノン

2 Ubidecarenone



3

4 C<sub>59</sub>H<sub>90</sub>O<sub>4</sub> : 863.34  
 5 (2E,6E,10E,14E,18E,22E,26E,30E,34E,38E)-2-  
 6 (3,7,11,15,19,23,27,31,35,39-Decamethyltetraconta-  
 7 2,6,10,14,18,22,26,30,34,38-decaen-1-yl)-5,6-dimethoxy-  
 8 3-methyl-1,4-benzoquinone  
 9 [303-98-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ユビデカレ  
11 ノン(C<sub>59</sub>H<sub>90</sub>O<sub>4</sub>)98.0%以上を含む。

12 性状 本品は黄色～だいたい色の結晶性の粉末で、におい及び  
13 味はない。

14 本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(99.5)  
15 に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

16 本品は光によって徐々に分解し、着色が強くなる。

17 融点：約48℃

18 確認試験

19 (1) 本品0.05gをジエチルエーテル1mLに溶かし、エタノ  
20 ール(99.5)10mLを加える。この液2mLにエタノール  
21 (99.5)3mL及びマロン酸ジメチル2mLを加えた後、水酸化カ  
22 リウム溶液(1→5)1mLを1滴ずつ加えて振り混ぜるとき、液  
23 は青色を呈する。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
25 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
26 品の参照スペクトル又はユビデカレノン標準品のスペクトル  
27 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同  
28 様の強度の吸収を認める。

29 純度試験

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

33 (2) 類縁物質 本品0.05gにエタノール(99.5)50mLを加え、  
34 約50℃で2分間加温して溶かし、冷後、試料溶液とする。こ  
35 の液1mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に  
36 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μL  
37 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
38 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
39 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のユビデカレ  
40 ノン以外のピークの合計面積は、標準溶液のユビデカレノン  
41 のピーク面積より大きくない。

42 操作条件

43 検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラム  
44 の選定は定量法の操作条件を準用する。

45 検出感度：標準溶液5μLから得たユビデカレノンのピー  
46 ク高さが20～40mmになるように調整する。

47 面積測定範囲：溶媒のピークの後からユビデカレノンの

48 保持時間の約2倍の範囲

49 水分(2.48) 0.20%以下(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

50 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

51 定量法 本品及びユビデカレノン標準品(別途本品と同様の方  
52 法で水分(2.48)を測定しておく)約50mgずつを精密に量り、  
53 それぞれにエタノール(99.5)40mLを加え、約50℃で2分間加  
54 温して溶かし、冷後、エタノール(99.5)を加えて正確に  
55 50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標  
56 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  
57 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液のユビデカ  
58 レノンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

59 ユビデカレノン(C<sub>59</sub>H<sub>90</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)=M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>

60 M<sub>S</sub>：脱水物に換算したユビデカレノン標準品の秤取量  
61 (mg)

62 操作条件

63 検出器：紫外吸光度計(測定波長：275nm)

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

67 カラム温度：35℃付近の一定温度

68 移動相：メタノール/エタノール(99.5)混液(13：7)

69 流量：ユビデカレノンの保持時間が約10分になるよう  
70 に調整する。

71 カラムの選定：本品及びユビキノン-9 0.01gずつにエ  
72 タノール(99.5)20mLを加え、約50℃で2分間加温して  
73 溶かし、冷後、この液5μLにつき、上記の条件で操作  
74 するとき、ユビキノン-9、ユビデカレノンの順に溶  
75 出し、その分離度が4以上のものを用いる。

76 試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を5  
77 回繰り返すとき、ユビデカレノンのピーク面積の相対  
78 標準偏差は0.8%以下である。

79 貯法

80 保存条件 遮光して保存する。

81 容器 気密容器。

## 1 ヨウ化カリウム

### 1 ヨウ化カリウム

2 Potassium Iodide

3 KI : 166.00

4 本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化カリウム  
5 (KI)99.0%以上を含む。

6 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  
7 である。

8 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にやや溶け  
9 やすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

10 本品は湿った空气中でわずかに潮解する。

11 確認試験 本品の水溶液(1→20)はカリウム塩及びヨウ化物の  
12 定性反応(1.09)を呈する。

13 純度試験

14 (1) 溶状 本品1.0gを水2mLに溶かすとき、液は無色澄  
15 明である。

16 (2) アルカリ 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水  
17 10mLに溶かし、0.005mol/L硫酸0.50mL及びフェノールフ  
18 タレイン試液1滴を加えるとき、液は無色である。

19 (3) 塩化物、臭化物及びチオ硫酸塩 本品0.20gをアンモ  
20 ニア試液5mLに溶かし、0.1mol/L硝酸銀液15.0mLを加え、  
21 2～3分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLに希硝酸  
22 15mLを加えるとき、液は褐色を呈しない。また、液の混濁  
23 は次の比較液より濃くない。

24 比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLにアンモニア試液2.5mL、  
25 0.1mol/L硝酸銀液7.5mL及び希硝酸15mLを加える。

26 (4) 硝酸塩、亜硝酸塩又はアンモニウム 本品1.0gを  
27 40mLの試験管にとり、水5mL、水酸化ナトリウム試液5mL  
28 及び線状のアルミニウム0.2gを加え、脱脂綿を管口にさし込  
29 み、水浴上で15分間注意して加熱するとき、発生するガス  
30 は潤した赤色リトマス紙を青変しない。

31 (5) シアン化物 本品0.5gを水10mLに溶かし、この液  
32 5mLに硫酸鉄(II)試液1滴及び水酸化ナトリウム試液2mLを  
33 加えて加熱し、塩酸4mLを加えるとき、液は緑色を呈しな  
34 い。

35 (6) ヨウ素酸塩 本品0.5gを新たに煮沸して冷却した水  
36 10mLに溶かし、希硫酸2滴及びデンプン試液1滴を加えると  
37 き、液は直ちに青色を呈しない。

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

41 (8) バリウム 本品0.5gを水10mLに溶かし、希硫酸1mL  
42 を加え、5分間放置するとき、液は混濁しない。

43 (9) ナトリウム 本品1.0gを水10mLに溶かし、炎色反応  
44 試験(1)(1.04)を行うとき、持続する黄色を呈しない。

45 (10) ヒ素(1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を  
46 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

47 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(2g, 105°C, 4時間)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、ヨウ素瓶に  
49 入れ、水10mLに溶かし、塩酸35mL及びクロロホルム5mL  
50 を加え、激しく振り混ぜながら0.05mol/Lヨウ素酸カリウム  
51 液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定(2.50)する。

52 ただし、滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後、5分以  
53 内に再び赤紫色が現れないときとする。

54 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL=16.60mg KI

55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

## 1 ヨウ化ナトリウム

### 1 ヨウ化ナトリウム

2 Sodium Iodide

3 NaI : 149.89

4 本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化ナトリウム  
5 (NaI)99.0%以上を含む。

6 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  
7 ない。

8 本品は水に極めて溶けやすく、グリセリン又はエタノール  
9 (95)に溶けやすい。

10 本品は湿った空气中で潮解する。

11 確認試験 本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩及びヨウ化物  
12 の定性反応(1.09)を呈する。

13 純度試験

14 (1) 溶状 本品1.0gを水2mLに溶かすとき、液は無色澄  
15 明である。

16 (2) アルカリ 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水  
17 10mLに溶かし、0.005mol/L硫酸1.0mL及びフェノールフタ  
18 レイン試液1滴を加えるとき、液は無色である。

19 (3) 塩化物、臭化物及びチオ硫酸塩 本品0.20gをアンモ  
20 ニア試液5mLに溶かし、0.1mol/L硝酸銀液15.0mLを加え、  
21 2～3分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液10mLに希硝酸  
22 15mLを加えるとき、液は褐色を呈しない。また、液の混濁  
23 は次の比較液より濃くない。

24 比較液：0.01mol/L塩酸0.30mLにアンモニア試液2.5mL、  
25 0.1mol/L硝酸銀液7.5mL及び希硝酸15mLを加える。

26 (4) 硝酸塩、亜硝酸塩又はアンモニウム 本品1.0gを  
27 40mLの試験管にとり、水5mL、水酸化ナトリウム試液5mL  
28 及び線状のアルミニウム0.2gを加え、脱脂綿を管口にさし込  
29 み、水浴上で15分間注意して加熱するとき、発生するガス  
30 は潤した赤色リトマス紙を青変しない。

31 (5) シアン化物 本品0.5gを水10mLに溶かし、この液  
32 5mLに硫酸鉄(II)試液1滴及び水酸化ナトリウム試液2mLを  
33 加えて加熱し、塩酸4mLを加えるとき、液は緑色を呈しな  
34 い。

35 (6) ヨウ素酸塩 本品0.5gを新たに煮沸して冷却した水  
36 10mLに溶かし、希硫酸2滴及びデンプン試液1滴を加えると  
37 き、液は直ちに青色を呈しない。

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

41 (8) バリウム 本品0.5gを水10mLに溶かし、希硫酸1mL  
42 を加え、5分間放置するとき、液は混濁しない。

43 (9) カリウム 本品1.0gを水に溶かし100mLとする。こ  
44 の液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後、テトラフ  
45 ェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30)5.0mLを加え、直ちに  
46 振り混ぜ、10分間放置するとき、液の混濁は次の比較液よ  
47 り濃くない。

48 比較液：塩化カリウム9.5mgを水に溶かし、1000mLとす  
49 る。この液4.0mLに希酢酸1.0mLを加えて振り混ぜた後、  
50 以下同様に操作する。

51 (10) ヒ素(1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を

52 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

53 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(2g, 120°C, 2時間)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、ヨウ素瓶に  
55 入れ、水10mLに溶かし、塩酸35mL及びクロロホルム5mL  
56 を加え、激しく振り混ぜながら0.05mol/Lヨウ素酸カリウム  
57 液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定(2.50)する。  
58 ただし、滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後、5分以  
59 内に再び赤紫色が現れないときとする。

60 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液1mL=14.99mg NaI

61 貯法

62 保存条件 遮光して保存する。

63 容器 気密容器。

1 ヨウ化ナトリウム( $^{123}\text{I}$ )カプセル

1 ヨウ化ナトリウム( $^{123}\text{I}$ )カプセル

2 Sodium Iodide ( $^{123}\text{I}$ ) Capsules

3 本品はヨウ素-123をヨウ化ナトリウムの形で含む。

4 本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム( $^{123}\text{I}$ )カプセル

5 の条に適合する。

1 ヨウ化ナトリウム( $^{131}\text{I}$ )液

1 ヨウ化ナトリウム( $^{131}\text{I}$ )液

2 Sodium Iodide ( $^{131}\text{I}$ ) Solution

3 本品はヨウ素-131をヨウ化ナトリウムの形で含む。

4 本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム( $^{131}\text{I}$ )液の条

5 に適合する。

6 性状 本品は無色澄明の液で、においはないか、又は保存剤若

7 しくは安定剤によるにおいがある。

1 ヨウ化ナトリウム( $^{131}\text{I}$ )カプセル

1 ヨウ化ナトリウム( $^{131}\text{I}$ )カプセル

2 Sodium Iodide ( $^{131}\text{I}$ ) Capsules

- 3 本品はヨウ素-131をヨウ化ナトリウムの形で含む。
- 4 本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム( $^{131}\text{I}$ )カプセルの条に適合する。
- 5

1 ヨウ化人血清アルブミン(<sup>131</sup>I)注射液

1 ヨウ化人血清アルブミン(<sup>131</sup>I)注射液

2 Iodinated (<sup>131</sup>I) Human Serum Albumin Injection

3 本品は水性の注射剤で、ヨウ素-131でヨウ素化された健  
4 康なヒトの血清アルブミンを含む。

5 本品は放射性医薬品基準のヨウ化人血清アルブミン(<sup>131</sup>I)  
6 注射液の条に適合する。

7 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒  
8 子試験法を適用しない。

9 性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

1 ヨウ化ヒプル酸ナトリウム(<sup>131</sup>I)注射液

1 ヨウ化ヒプル酸ナトリウム(<sup>131</sup>I)注射液

2 Sodium Iodohippurate (<sup>131</sup>I) Injection

3 本品は水性の注射剤で、ヨウ素-131をオルトヨウ化ヒプ  
4 ル酸ナトリウムの形で含む。

5 本品は放射性医薬品基準のヨウ化ヒプル酸ナトリウム  
6 (<sup>131</sup>I)注射液の条に適合する。

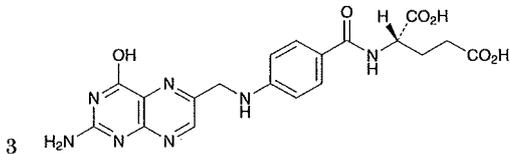
7 本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒  
8 子試験法を適用しない。

9 性状 本品は無色澄明の液で、においはないか、又は保存剤若  
10 しくは安定剤によるにおいがある。

1 葉酸

1 葉酸

2 Folic Acid



4 C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub> : 441.40

5 N-{4-[(2-Amino-4-hydroxypteridin-6-ylmethyl)amino]benzoyl}-L-glutamic acid  
7 [59-30-3]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、葉酸  
9 (C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は黄色~だいたい黄色の結晶性の粉末で、においは  
11 ない。

12 本品は水、メタノール、エタノール(95)、ピリジン又はジ  
13 エチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品は塩酸、硫酸、希水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナト  
15 リウム十水和物溶液(1→100)に溶け、液は黄色となる。

16 本品は光によって徐々に変化する。

17 確認試験

18 (1) 本品1.5mgを希水酸化ナトリウム試液に溶かし、  
19 100mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法  
20 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
21 と本品の参照スペクトル又は葉酸標準品について同様に操作  
22 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  
23 は同一波長のところで同様の強度の吸収を認める。

24 (2) (1)の液10mLに過マンガン酸カリウム試液1滴を加え、  
25 液が青色になるまで振り混ぜ、直ちに紫外線(主波長365nm)  
26 を照射するとき、青色の蛍光を發する。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品0.10gを希水酸化ナトリウム試液10mLに  
29 溶かすとき、液は黄色澄明である。

30 (2) 遊離アミン 定量法の試料溶液30mLを正確に量り、  
31 希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとし、試料溶液と  
32 する。別にパラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品をデン  
33 ケーター(減圧、シリカゲル)で4時間乾燥し、その約50mgを  
34 精密に量り、薄めたエタノール(2→5)に溶かし、正確に  
35 100mLとする。この液3mLを正確に量り、水を加えて正確  
36 に1000mLとし、標準溶液とする。これらの液4mLずつを正  
37 確に量り、以下定量法と同様に操作し、紫外可視吸光度測定  
38 法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得  
39 たそれぞれの液の波長550nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測  
40 定するとき、遊離アミンの量は1.0%以下である。

41 遊離アミンの量(%) =  $M_S / M_T \times A_T / A_S$

42 M<sub>T</sub> : 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

43 M<sub>S</sub> : パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品の秤取量  
44 (mg)

45 水分(2.48) 8.5%以下(10mg, 電量滴定法)。

46 強熱残分(2.44) 0.5%以下(1g)。

47 定量法 本品及び葉酸標準品約50mgずつを精密に量り、それ  
48 ぞれに希水酸化ナトリウム試液50mLを加え、よく振り混ぜ  
49 て溶かし、更に希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に  
50 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
51 標準溶液30mLずつを正確に量り、それぞれに希塩酸20mL  
52 及び水を加えて正確に100mLとする。これらの液60mLずつ  
53 に亜鉛末0.5gを加え、しばしば振り混ぜ、20分間放置する。  
54 次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液10mLを  
55 除き、次のろ液10mLを正確に量り、水を加えて正確に  
56 100mLとする。これらの液4mLずつを正確に量り、それぞ  
57 れに水1mL、希塩酸1mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→  
58 1000)1mLを加え、混和した後、2分間放置する。次にアミ  
59 ド硫酸アンモニウム溶液(1→200)1mLを加え、よく振り混  
60 ぜた後、2分間放置する。これらの液にN,N-ジエチル-N'  
61 -1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液(1→  
62 1000)1mLずつを加え、振り混ぜた後、10分間放置し、水  
63 を加えて正確に20mLとする。別に試料溶液30mLを正確に量  
64 り、希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする。この  
65 液10mLを正確に量り、希塩酸18mL及び水を加えて正確に  
66 100mLとする。次にこの液4mLを正確に量り、試料溶液と  
67 同様に操作して得た液を空試験液とする。これらの液につき、  
68 水4mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可  
69 視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び標  
70 準溶液から得たそれぞれの液並びに空試験液の波長550nm  
71 における吸光度A<sub>T</sub>、A<sub>S</sub>及びA<sub>C</sub>を測定する。

72 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg) =  $M_S \times (A_T - A_C) / A_S$

73 M<sub>S</sub> : 脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

74 貯法

75 保存条件 遮光して保存する。

76 容器 気密容器。

# 1 葉酸錠

## 1 葉酸錠

### 2 Folic Acid Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~115.0%に対応する  
4 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>: 441.40)を含む。

5 製法 本品は「葉酸」をとり、錠剤の製法により製する。

### 6 確認試験

7 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「葉酸」1.5mgに対応  
8 する量を取り、希水酸化ナトリウム試液100mLを加えて振  
9 り混ぜ、ろ過する。最初のろ液10mLを除き、次のろ液につ  
10 き、以下「葉酸」の確認試験(2)を準用する。

11 (2) (1)のろ液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
12 吸収スペクトルを測定するとき、波長255~257nm, 281  
13 ~285nm及び361~369nmに吸収の極大を示す。また、255  
14 ~257nm及び361~369nmの吸収極大の波長における吸光  
15 度をA<sub>1</sub>及びA<sub>2</sub>とすると、A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>は2.80~3.00である。

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

18 本品1個をとり、希水酸化ナトリウム試液50mLを加え、  
19 しばしば振り混ぜた後、ろ過する。残留物を希水酸化ナトリ  
20 ウム試液で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、更に希水酸化ナト  
21 リウム試液を加えて正確に100mLとし、試料原液とする。  
22 この液30mLを正確に量り、希塩酸20mL及び水を加えて正  
23 確に100mLとする。この液60mLを正確に量り、亜鉛末0.5g  
24 を加え、しばしば振り混ぜ、20分間放置する。次にこの液  
25 を乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液10mLを除き、次  
26 のろ液V mLを正確に量り1mL中に葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)約15μg  
27 を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料  
28 溶液とする。別に葉酸標準品約50mg(別途「葉酸」と同様の  
29 方法で水分(2.48)を測定しておく)を精密に量り、希水酸化  
30 ナトリウム試液に溶かし、正確に100mLとする。この液  
31 30mLを正確に量り、希塩酸20mL及び水を加えて正確に  
32 100mLとする。この液60mLを正確に量り、亜鉛末0.5gを加  
33 え、しばしば振り混ぜ、20分間放置する。次にこの液を乾  
34 燥ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
35 10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶  
36 液とする。試料溶液及び標準溶液4mLずつを正確に量り、  
37 それぞれに水1mL希塩酸1mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1  
38 →1000)1mLを加えて混和した後、2分間放置する。次にア  
39 ミド硫酸アンモニウム溶液(1→200)1mLを加えよく振り混  
40 ぜた後、2分間放置する。これらの液にN,N-ジエチル-N'  
41 -1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液(1→  
42 1000)1mLずつを加え、振り混ぜた後、10分間放置し、水を加  
43 えて正確に20mLとする。別に試料原液30mLを正確に量  
44 り、希塩酸20mL及び水を加えて正確に100mLとする。この  
45 液V mLを正確に量り1mL中に葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)約15μgを含  
46 む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。次にこ  
47 の液4mLを正確に量り、試料溶液と同様に操作して得た液  
48 を空試験液とする。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞ  
49 れの液並びに空試験液につき、水4mLを用いて同様に操作し  
50 て得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
51 試験を行い、波長550nmにおける吸光度A<sub>T</sub>、A<sub>S</sub>及びA<sub>C</sub>を測  
52 定する。

53 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$54 = M_S \times (A_T - A_C) / A_S \times V' / V \times 1 / 10$$

55 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

56 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、  
57 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は  
58 75%以上である。

59 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
60 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
61 ーでろ過する。初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液V  
62 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)  
63 約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、  
64 試料溶液とする。別に葉酸標準品(別途「葉酸」と同様の方  
65 法で水分(2.48)を測定しておく)約20mgを精密に量り、溶  
66 出試験第2液に溶かし、正確に100mLとする。この液2.5mL  
67 を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100mLとし、  
68 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸  
69 光度測定法(2.24)により、水を対照として波長280nmにお  
70 ける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

71 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$72 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$$

73 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

74 C: 1錠中の葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)の表示量(mg)

75 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
76 とする。葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)約50mgに対応する量を精密に量  
77 り、希水酸化ナトリウム試液50mLを加え、しばしば振り混  
78 ぜた後、100mLのメスフラスコにろ過し、希水酸化ナトリ  
79 ウム試液で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、更に希水酸化ナト  
80 リウム試液を加えて100mLとし、試料溶液とする。別に葉  
81 酸標準品約50mgを精密に量り、希水酸化ナトリウム試液に  
82 溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
83 び標準溶液30mLずつを正確に量り、以下「葉酸」の定量法  
84 を準用する。

85 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × {(A<sub>T</sub> - A<sub>C</sub>) / A<sub>S</sub>}

86 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

### 87 貯法

88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 密閉容器。

1 葉酸注射液

1 葉酸注射液

2 Folic Acid 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95.0～115.0%に対応する  
5 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>: 441.40)を含む。

6 製法 本品は「葉酸」をとり、「水酸化ナトリウム」又は「炭  
7 酸ナトリウム」を用いて溶かし、注射剤の製法により製する。

8 性状 本品は黄色～だいたい黄色澄明の液である。

9 pH: 8.0～11.0

10 確認試験

11 (1) 本品の表示量に従い「葉酸」1.5mgに対応する容量を  
12 とり、希水酸化ナトリウム試液を加えて100mLとする。こ  
13 の液につき、以下「葉酸」の確認試験(2)を準用する。

14 (2) (1)の液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
15 吸収スペクトルを測定するとき、波長255～257nm, 281～  
16 285nm及び361～369nmに吸収の極大を示す。また、255～  
17 257nm及び361～369nmの吸収極大の波長における吸光度  
18 をA<sub>1</sub>及びA<sub>2</sub>とすると、A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>は2.80～3.00である。

19 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

20 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

25 定量法 本品の葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)約50mgに対応する容量を正  
26 確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mL  
27 とし、試料溶液とする。別に葉酸標準品約50mgを精密に量  
28 り、希水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に100mLとし、  
29 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液30mLずつを正確に  
30 量り、以下「葉酸」の定量法を準用する。

31 葉酸(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>N<sub>7</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg) =  $M_S \times (A_T - A_C) / A_S$

32 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量(mg)

33 貯法

34 保存条件 遮光して保存する。

35 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 ヨウ素

1 ヨウ素

2 Iodine

3 I : 126.90

4 本品は定量するとき、ヨウ素(I)99.5%以上を含む。

5 性状 本品は灰黒色の板状又は粒状の重い結晶で、金属性の光  
6 沢があり、特異なにおいがある。

7 本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(95)に  
8 やや溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、水に極め  
9 て溶けにくい。

10 本品はヨウ化カリウム試液に溶ける。

11 本品は常温で揮散する。

12 確認試験

13 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→50)は赤褐色を呈する。

14 (2) 本品のクロロホルム溶液(1→1000)は赤紫色～紫色を  
15 呈する。

16 (3) 本品の飽和水溶液10mLにデンプン試液0.5mLを加え  
17 るとき、液は暗青色を呈し、これを煮沸すると消え、冷却す  
18 るとき、再び現れる。

19 純度試験

20 (1) 昇華残留物 本品2.0gを水浴上で加熱して昇華させ、  
21 残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は1.0mg以下  
22 である。

23 (2) 塩化物又は臭化物 本品を粉末とし、その1.0gを水  
24 20mLとよくすり混ぜてろ過し、ろ液10mLに薄めた亜硫酸  
25 水(1→5)を黄色が消えるまで滴加し、これにアンモニア試液  
26 1mLを加え、更に硝酸銀試液1mLを少量ずつ加え、水を加  
27 えて20mLとし、よく振り混ぜてろ過する。初めのろ液2mL  
28 を除き、次のろ液10mLをとり、硝酸2.0mL及び水を加えて  
29 20mLとするとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

30 比較液：0.01mol/L塩酸0.20mLに水5mL、アンモニア試  
31 液2.5mL、硝酸銀試液1mL、硝酸2.0mL及び水を加え  
32 て20mLとする。

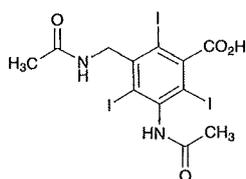
33 定量法 共栓フラスコにヨウ化カリウム1g及び水1mLを入れ  
34 て質量を精密に量り、これに本品約0.3gを加え、再び精密に  
35 量る。次に穏やかに振り動かして溶かした後、水20mL及び  
36 希塩酸1mLを加え、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
37 (2.50)する(指示薬：デンプン試液1mL)。

38 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=12.69mg I

39 貯法 容器 気密容器。

## 1 ヨーダミド

2 Iodamide



3

4  $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$  : 627.94

5 3-Acetylamino-5-acetylamino-2,4,6-triiodobenzoic

6 acid

7 [440-58-4]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヨーダミド  
9 ( $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

11 本品は水又はエタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエー  
12 テルにほとんど溶けない。13 本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶  
14 ける。

15 本品は光によって徐々に着色する。

## 16 確認試験

17 (1) 本品0.01gに塩酸5mLを加え、水浴中で5分間加熱し  
18 た液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。19 (2) 本品0.1gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生す  
20 る。21 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
22 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
23 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
24 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これ  
25 らのスペクトルに差を認めるときは、本品1gを水100mLに  
26 加熱して溶かし、穏やかに煮沸しながら約30mLになるまで  
27 濃縮し、析出した結晶を、冷後、ろ過し、乾燥した後、同様  
28 の試験を行う。

## 29 純度試験

30 (1) 溶状 本品1.0gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→  
31 5)10mLに溶かすとき、液は無色澄明である。32 (2) 芳香族第一アミン 本品0.20gをとり、水5mL及び水  
33 酸化ナトリウム試液1mLを加えて溶かし、亜硝酸ナトリウ  
34 ム溶液(1→100)4mL及び1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り  
35 混ぜ、2分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液  
36 5mLを加えてよく振り混ぜ、1分間放置した後、1-ナフト  
37 ールのエタノール(95)溶液(1→10)0.4mL、水酸化ナトリウ  
38 ム試液15mL及び水を加えて正確に50mLとする。この液に  
39 つき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸  
40 光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長485nmにお  
41 ける吸光度は0.12以下である。42 (3) 可溶性ハロゲン化物 本品2.5gに水20mL及びアンモ  
43 ニア試液2.5mLを加えて溶かし、更に希硝酸20mL及び水を  
44 加えて100mLとし、時々振り混ぜながら15分間放置した後、  
45 ろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液25mLをネス  
46 ラー管にとり、エタノール(95)を加えて50mLとする。これ47 を検液とし、以下塩化物試験法(1.03)を準用する。比較液  
48 は0.01mol/L塩酸0.10mLに希硝酸6mL及び水を加えて25mL  
49 とし、次にエタノール(95)を加えて50mLとする。50 (4) ヨウ素 本品0.20gを水酸化ナトリウム試液2.0mLに  
51 溶かし、0.5mol/L硫酸試液2.5mLを加え、時々振り混ぜなが  
52 ら10分間放置した後、クロロホルム5mLを加えて激しく振  
53 り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。54 (5) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
55 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以  
56 下)。57 (6) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
58 製し、試験を行う(2ppm以下)。

59 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

60 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

61 定量法 本品約0.5gを精密に量り、けん化フラスコに入れ、水  
62 酸化ナトリウム試液40mLに溶かし、亜鉛粉末1gを加え、選  
63 流冷却器を付けて30分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラス  
64 コ及びろ紙を水50mLで洗い、洗液は先のろ液に合わせる。  
65 この液に酢酸(100)5mLを加え、0.1mol/L硝酸銀液で滴定  
66 (2.50)する(指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエ  
67 チルエステル試液1mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色  
68 が緑色に変わるときとする。69 0.1mol/L硝酸銀液1mL=20.93mg  $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$ 

## 70 貯法

71 保存条件 遮光して保存する。

72 容器 気密容器。

1 ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液

1 ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液

2 Meglumine Sodium Iodamide Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、ヨーダミド(C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> :  
5 627.94)59.7 ~ 65.9w/v% を含む。

6 製法

ヨーダミド	627.9g
水酸化ナトリウム	6.0g
メグルミン	165.9g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

7 以上をとり、注射剤の製法により製する。

8 性状 本品は無色~微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

9 本品は光によって徐々に着色する。

10 確認試験

11 (1) 本品2mLに水25mLを加え、よくかき混ぜながら希塩  
12 酸3mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガ  
13 ラスろ過器(G3)で吸引ろ取し、水10mLずつで2回洗った後、  
14 フラスコに移し、水100mLを加え、加熱して溶かし、穏や  
15 かに煮沸しながら約30mLになるまで濃縮し、析出した結晶  
16 を、冷後、ろ過し、105℃で1時間乾燥する。このものにつ  
17 き、「ヨーダミド」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

18 (2) (1)の乾燥した結晶につき、赤外吸収スペクトル測定  
19 法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  
20 3390cm<sup>-1</sup>、1369cm<sup>-1</sup>、1296cm<sup>-1</sup>、1210cm<sup>-1</sup>及び1194cm<sup>-1</sup>付  
21 近に吸収を認める。もし、吸収の波数がこれらと異なるとき  
22 は、乾燥した結晶1gを水100mLに加熱して溶かし、(1)の操  
23 作を繰り返した後、同様の試験を行う。

24 (3) 本品1mLに1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリ  
25 ウム試液1mL及び水酸化ナトリウム試液0.2mLを加えると  
26 き、液は濃赤色を呈する。

27 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

28 旋光度(2.49) α<sub>D</sub><sup>20</sup>: -3.84~-4.42°(100mm)。

29 pH(2.54) 6.5~7.5

30 純度試験

31 (1) 芳香族第一アミン 本品0.30mLをとり、水6mLを加  
32 えて混和し、亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)4mL及び  
33 1mol/L塩酸試液10mLを加えて振り混ぜ、以下「ヨーダミ  
34 ド」の純度試験(2)を準用する。ただし、吸光度は0.22以下  
35 である。

36 (2) ヨウ素及びヨウ化物 本品0.40mLに水を加えて  
37 20mLとし、希硝酸5mLを加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過  
38 器(G3)を用いて吸引ろ過する。ろ液にクロロホルム5mLを  
39 加え、激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は無色である。  
40 次に過酸化水素(30)1mLを加えて激しく振り混ぜるとき、ク  
41 ロロホルム層は次の比較液より濃くない。

42 比較液: ヨウ化カリウム0.10gを水に溶かし100mLとする。  
43 この液0.10mLに水20mLを加え、更に希硝酸5mL、ク  
44 ロロホルム5mL及び過酸化水素(30)1mLを加えて激し  
45 く振り混ぜる。

46 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

47 発熱性物質(4.04) 本品をとり、1mL中に本品0.30mLを含む

48 ように生理食塩液を加えて調製した液につき、試験を行うと  
49 き、適合する。

50 定量法 本品8mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液を加  
51 えて正確に100mLとし、試料溶液とする。試料溶液10mLを  
52 正確に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液  
53 30mL及び亜鉛粉末1gを加え、以下「ヨーダミド」の定量法  
54 を準用する。

55 0.1mol/L硝酸銀液1mL=20.93mg C<sub>12</sub>H<sub>11</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

56 貯法

57 保存条件 遮光して保存する。

58 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 ヨードチンキ

1 ヨードチンキ

2 Iodine Tincture

3 本品は定量するとき、ヨウ素(I : 126.90)5.7~6.3w/v%及  
4 びヨウ化カリウム(KI : 166.00)3.8~4.2w/v%を含む。

5 製法

ヨウ素	60g
ヨウ化カリウム	40g
70vol%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。ただし、  
7 70vol%エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用  
8 エタノール」、及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適  
9 量を用いて製することができる。

10 性状 本品は暗赤褐色の液で、特異なおいがある。

11 比重  $d_{20}^{20}$  : 約0.97

12 確認試験

13 (1) 本品1滴をデンブンプ試液1mL及び水9mLの混液に加え  
14 るとき、暗青紫色を呈する。

15 (2) 本品3mLを水浴上で蒸発乾固した後、直火で弱く加  
16 熱するとき、白色の残留物を生じる。この残留物はカリウム  
17 塩及びヨウ化物の定性反応 (1.09) を呈する。

18 アルコール数 (1.01) 6.6以上(第2法)。ただし、第1法の前処  
19 理(ii)を行う。

20 定量法

21 (1) ヨウ素 本品5mLを正確に量り、ヨウ化カリウム  
22 0.5g、水20mL及び希塩酸1mLを加え、0.1mol/Lチオ硫酸ナ  
23 トリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬 : デンブンプ試液2mL)。

24  $0.1\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム液1mL=12.69mg I

25 (2) ヨウ化カリウム 本品5mLを正確に量り、ヨウ素瓶  
26 に入れ、水20mL、塩酸50mL及びクロロホルム5mLを加え  
27 て室温に冷却し、クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激し  
28 く振り混ぜながら、0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定  
29 (2.50) する。クロロホルム層の色が消えた後、5分間放置し  
30 て再び着色するときは更に滴定 (2.50) を続ける。

31 ここに得た0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液の消費量a mLと  
32 (1)の滴定に要した0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量b  
33 mLから次の式によってヨウ化カリウム(KI)の量(mg)を求め  
34 る。

35 ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)=16.60 × (a-b/2)

36 貯法 容器 気密容器。

1 希ヨードチンキ

1 希ヨードチンキ

2 Dilute Iodine Tincture

3 本品は定量するとき、ヨウ素(I : 126.90)2.8~3.2w/v%及  
4 びヨウ化カリウム(KI : 166.00)1.9~2.1w/v%を含む。

5 製法

ヨウ素	30g
ヨウ化カリウム	20g
70vol%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。ただし、  
7 70vol%エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用  
8 エタノール」、及び「精製水」又は「精製水(容器入り)」適  
9 量を用いて製することができる。また、「ヨードチンキ」  
10 500mLをとり、70vol%エタノールを加えて全量を1000mL  
11 として製することができる。

12 性状 本品は暗赤褐色の液で、特異なおいがある。

13 比重  $d_{20}^{20}$  : 約0.93

14 確認試験

15 (1) 本品1滴をデンブン試液1mL及び水9mLの混液に加え  
16 るとき、暗青紫色を呈する。

17 (2) 本品3mLを水浴上で蒸発乾固した後、直火で弱く加  
18 熱するとき、白色の残留物を生じる。この残留物はカリウム  
19 塩及びヨウ化物の定性反応(1.09)を呈する。

20 アルコール数(1.01) 6.7以上(第2法)。ただし、第1法の前処  
21 理(ii)を行う。

22 定量法

23 (1) ヨウ素 本品10mLを正確に量り、ヨウ化カリウム  
24 0.5g、水20mL及び希塩酸1mLを加え、0.1mol/Lチオ硫酸ナ  
25 トリウム液で滴定(2.50)する(指示薬 : デンブン試液2mL)。

26 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL=12.69mg I

27 (2) ヨウ化カリウム 本品10mLを正確に量り、ヨウ素瓶  
28 に入れ、水20mL、塩酸50mL及びクロロホルム5mLを加え  
29 て室温に冷却し、クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激し  
30 く振り混ぜながら、0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液で滴定  
31 (2.50)する。クロロホルム層の色が消えた後、5分間放置し  
32 て再び着色するときは更に滴定(2.50)を続ける。

33 ここに得た0.05mol/Lヨウ素酸カリウム液の消費量  $a$  mL  
34 と(1)の滴定に要した0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費  
35 量  $b$  mLから次の式によってヨウ化カリウム(KI)の量(mg)を  
36 求める。

37 ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)= $16.60 \times (a - b/2)$

38 貯法 容器 気密容器。

1 歯科用ヨード・グリセリン

1 歯科用ヨード・グリセリン

2 Dental Iodine Glycerin

3 本品は定量するとき、ヨウ素(I : 126.90)9.0~11.0w/v%、  
4 ヨウ化カリウム(KI : 166.00)7.2~8.8w/v%及び硫酸亜鉛水  
5 和物(ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O : 287.55)0.9~1.1w/v%を含む。

6 製法

ヨウ素	10g
ヨウ化カリウム	8g
硫酸亜鉛水 和物	1g
グリセリン	35mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	100mL

7 以上をとり、溶解混和して製する。

8 性状 本品は暗赤褐色の液で、ヨウ素のにおいがある。

9 確認試験

10 (1) 定量法(1)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この  
11 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
12 トルを測定するとき、波長510~514nmに吸収の極大を示す  
13 (ヨウ素)。

14 (2) 定量法(2)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この  
15 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
16 トルを測定するとき、波長510~514nmに吸収の極大を示す  
17 (ヨウ化カリウム)。

18 (3) 本品1mLを共栓試験管にとり、エタノール(95)10mL  
19 を混和し、更に水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化銅(II)二  
20 水和物のエタノール溶液(95)(1→10)1mLを加えて振り混ぜ  
21 るとき、液は青色を呈する(グリセリン)。

22 (4) 定量法(3)で得た呈色液は、赤紫色~紫色を呈する。  
23 また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
24 吸収スペクトルを測定するとき、波長618~622nmに吸収の  
25 極大を示す(硫酸亜鉛水和物)。

26 定量法

27 (1) ヨウ素 本品5mLを正確に量り、薄めたエタノール  
28 (3→10)を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に  
29 量り、水を加えて正確に200mLとし、試料溶液とする。別  
30 に定量用ヨウ素約0.5g及び105℃で4時間乾燥した定量用ヨ  
31 ウ化カリウム約0.4gをそれぞれ精密に量り、薄めたエタノー  
32 ル(3→10)に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正  
33 確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。  
34 試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り、それぞれに  
35 クロロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)20mLを正確に加え、直  
36 ちに振り混ぜ、クロロホルム/ヘキサン層を分取し[水層は  
37 (2)に用いる]、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロ  
38 ロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)を対照とし、紫外可視吸光度  
39 測定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液か  
40 ら得たそれぞれの液の波長512nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>  
41 を測定する。

42  $Y_{I} = M_{I} \times A_{T} / A_{S}$

43 M<sub>I</sub> : 定量用ヨウ素の秤取量(mg)

44 (2) ヨウ化カリウム (1)の試料溶液及び標準溶液から得  
45 た水層7mLずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸(1

46 →2)1mL、亜硝酸ナトリウム試液1mL及びクロロホルム/  
47 ヘキサン混液(2 : 1)10mLを正確に加え、直ちに振り混ぜる。  
48 クロロホルム/ヘキサン層を分取し、脱脂綿を用いてろ過す  
49 る。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)を対照  
50 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試  
51 料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmに  
52 おける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

53  $Y_{KI} = M_{KI} \times A_{T} / A_{S}$

54 M<sub>KI</sub> : 定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

55 (3) 硫酸亜鉛水 本品5mLを正確に量り、薄めたエ  
56 タノール(3→10)を加えて正確に50mLとする。この液5mL  
57 を正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料溶液と  
58 する。別に亜鉛標準原液10mLを正確に量り、薄めたエタノ  
59 ール(3→200)を加えて正確に1000mLとし、標準溶液とする。  
60 試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に量り、それぞれに  
61 クロロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)10mLを加えて振り混ぜ、  
62 静置する。水層3mLずつを正確に量り、pH10.0のホウ酸・  
63 塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液2mL及びジコン  
64 試液2mLを加え、更に水を加えて正確に25mLとする。これ  
65 らの液につき、水3mLを用いて同様に操作して得た液を対  
66 照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。  
67 試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長620nm  
68 における吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

69 硫酸亜鉛水( ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O )の量(mg)

70  $= M \times A_{T} / A_{S} \times 4.398$

71 M : 亜鉛標準原液10mL中の亜鉛の量(mg)

72 貯法

73 保存条件 遮光して保存する。

74 容器 気密容器。

## 1 複方ヨード・グリセリン

## 2 Compound Iodine Glycerin

3 本品は定量するとき、ヨウ素(I : 126.90)1.1~1.3w/v%、  
4 ヨウ化カリウム(KI : 166.00)2.2~2.6w/v%、総ヨウ素(Iと  
5 して)2.7~3.3w/v%及びフェノール(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O : 94.11)0.43~  
6 0.53w/v%を含む。

## 7 製法

ヨウ素	12g
ヨウ化カリウム	24g
グリセリン	900mL
ハッカ水	45mL
液状フェノール	5mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

8 「ヨウ化カリウム」及び「ヨウ素」を「精製水」又は「精  
9 製水(容器入り)」約25mLに溶かし、これに「グリセリン」  
10 を加えた後、「ハッカ水」、「液状フェノール」、及び「精  
11 製水」又は「精製水(容器入り)」を加えて全量を1000mLと  
12 し、混和して製する。ただし、「グリセリン」の代わりに  
13 「濃グリセリン」、及び「精製水」又は「精製水(容器入  
14 り)」適量を用いて製することができる。また、「液状フェ  
15 ノール」の代わりに「フェノール」、及び「精製水」又は  
16 「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる。

17 性状 本品は赤褐色粘稠性の液で、特異なにおいがある。

18 比重  $d_{20}^{20}$  : 約1.23

## 19 確認試験

20 (1) 定量法(1)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この  
21 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
22 トルを測定するとき、波長510~514nmに吸収の極大を示す  
23 (ヨウ素)。

24 (2) 定量法(2)で得た呈色液は赤色を呈する。また、この  
25 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
26 トルを測定するとき、波長510~514nmに吸収の極大を示す  
27 (ヨウ化カリウム)。

28 (3) 定量法(4)で得た呈色液は黄色を呈する。また、この  
29 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク  
30 トルを測定するとき、波長401~405nmに吸収の極大を示す  
31 (フェノール)。

32 (4) 本品1mLを共栓試験管にとり、エタノール(95)10mL  
33 を混和し、更に水酸化ナトリウム試液2mL及び塩化銅(II)二  
34 水和物のエタノール(95)溶液(1→10)1mLを加えて振り混ぜ  
35 るとき、液は青色を呈する(グリセリン)。

## 36 定量法

37 (1) ヨウ素 本品につき、あらかじめ比重及び密度測定法  
38 第2法(2.56)により比重を測定する。その約7mLに対応する  
39 質量を精密に量り、エタノール(95)を加えて正確に200mL  
40 とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ素約80mg及び  
41 105°Cで4時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約0.17gをそれ  
42 ぞれ精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に200mL  
43 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3mLずつを  
44 正確に量り、50mLの分液漏斗に入れ、それぞれにクロロホ  
45 ルム/ヘキサン混液(2 : 1)10mL及び水15mLを順次正確に

46 加え、直ちに強く振り混ぜ、クロロホルム/ヘキサン層を分  
47 取し[水層は(2)に用いる]、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液に  
48 つき、クロロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)を対照とし、紫外  
49 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試料溶液及び  
50 標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmにおける吸光  
51 度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

52 ヨウ素(I)の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

53  $M_S$  : 定量用ヨウ素の秤取量(mg)

54 (2) ヨウ化カリウム (1)の試料溶液及び標準溶液から得  
55 た水層10mLずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸(1  
56 →2)1mL、亜硝酸ナトリウム試液1mL及びクロロホルム/  
57 ヘキサン混液(2 : 1)10mLを正確に加え、直ちに強く振り混  
58 ぜる。クロロホルム/ヘキサン層を分取し、脱脂綿を用いて  
59 ろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)  
60 を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行  
61 う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長  
62 512nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

63 ヨウ化カリウム(KI)の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

64  $M_S$  : 定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

65 (3) 総ヨウ素 本品につき、あらかじめ比重及び密度測定  
66 法第2法(2.56)により比重を測定する。その約5mLに対応す  
67 る質量を精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この  
68 液5mLを正確に50mLのフラスコにとり、亜鉛粉末0.5g及び  
69 酢酸(100)5mLを加え、ヨウ素の色が消えるまで振り混ぜた  
70 後、還流冷却器を付け、水浴上で30分間加熱する。冷却器  
71 を通じて熱湯10mLを注加して、冷却器を洗い、ガラスろ過  
72 器(G3)を用いてろ過する。フラスコは温湯10mLで2回洗い、  
73 ろ液及び洗液を合わせ、冷後、水を加えて正確に50mLとし、  
74 試料溶液とする。別に定量用ヨウ化カリウムを105°Cで4時  
75 間乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水に溶かし、正確に  
76 50mLとする。この液5mLを正確に量り、酢酸(100)5mL及  
77 び水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
78 及び標準溶液4mLずつを30mLの分液漏斗に正確にとり、そ  
79 れぞれに水5mL、薄めた希塩酸(1→2)1mL、亜硝酸ナトリ  
80 ウム試液1mL及びクロロホルム/ヘキサン混液(2 : 1)10mL  
81 を正確に加えて直ちに強く振り混ぜる。以下(2)と同様に操  
82 作する。

83 総ヨウ素(Iとして)の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S \times 0.764$

84  $M_S$  : 定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

85 (4) フェノール 本品につき、あらかじめ比重及び密度測  
86 定法第2法(2.56)により比重を測定する。その約2mLに対  
87 する質量を精密に量り、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液  
88 3mLを加えて振り混ぜた後、希塩酸2mLを加えて、クロロ  
89 ホルム10mLずつで2回抽出する。全クロロホルム抽出液を  
90 合わせ、次に0.5mol/L水酸化ナトリウム試液10mLずつで2  
91 回抽出する。全水層を合わせ、水を加えて正確に500mLと  
92 し、試料溶液とする。別に定量用フェノール約0.5gを精密に  
93 量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100mLとする。こ  
94 の液2mLを正確に量り、試料溶液の調製と同様に操作し、

## 2 複方ヨード・グリセリン

95 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3mLずつを正確に  
96 量り、それぞれに希塩酸2mLを加え、30℃の恒温水槽に入  
97 れる。10分間放置した後、亜硝酸ナトリウム溶液(1→  
98 100)2mLを正確に加えて振り混ぜ、30℃で60分間放置する。  
99 次に希水酸化カリウム・エタノール試液を加えて正確に  
100 25mLとする。これらの液につき、水3mLを用いて同様に操  
101 作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)に  
102 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  
103 液の波長403nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

104 フェノール( $C_6H_6O$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 50$

105  $M_S$ : 定量用フェノールの秤取量(mg)

106 貯法

107 保存条件 遮光して保存する。

108 容器 気密容器。

## 1 ヨード・サリチル酸・フェノール精

## 2 Iodine, Salicylic Acid and Phenol Spirit

3 本品は定量するとき、ヨウ素(I: 126.90)1.08~1.32w/v%,  
4 ヨウ化カリウム(KI: 166.00)0.72~0.88w/v%, サリチル酸  
5 (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>: 138.12)4.5~5.5w/v%, フェノール(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O:  
6 94.11)1.8~2.2w/v%及び安息香酸(C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>: 122.12)7.2~  
7 8.8w/v%を含む。

## 8 製法

ヨードチンキ	200mL
サリチル酸	50g
フェノール	20g
安息香酸	80g
消毒用エタノール	適量
全量	1000mL

9 以上をとり、酒精剤の製法により製する。ただし、「消毒  
10 用エタノール」の代わりに「エタノール」、及び「精製水」  
11 又は「精製水(容器入り)」適量を用いて製することができる。

12 性状 本品は暗赤褐色の液で、フェノールのにおいがある。

## 13 確認試験

14 (1) 本品1滴をデンブン試液1mL及び水9mLの混液に加え  
15 るとき、暗青紫色を呈する(ヨウ素)。

16 (2) 本品1mLにエタノール(95)5mL及び水を加えて50mL  
17 とする。この液1mLにpH2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を  
18 加えて50mLとする。この液15mLに硝酸鉄(III)九水和物溶  
19 液(1→200)5mLを加えるとき、液は赤紫色を呈する(サリチ  
20 ル酸)。

21 (3) 本品1mLにチオ硫酸ナトリウム試液1mLを加えて振  
22 り混ぜ、水20mL及び希塩酸5mLを加え、ジエチルエーテル  
23 25mLで抽出する。ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナト  
24 リウム試液25mLずつで2回洗った後、希水酸化ナトリウム  
25 試液10mLで抽出する。抽出液1mLに亜硝酸ナトリウム試液  
26 1mL及び希塩酸1mLを加えて振り混ぜ、更に水酸化ナト  
27 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)。

28 (4) 本品1mLにチオ硫酸ナトリウム試液1mLを加えて振  
29 り混ぜ、更に水20mL及び希塩酸5mLを加え、ジエチルエー  
30 テル10mLで抽出し、試料溶液とする。別にサリチル酸  
31 25mg、フェノール0.01g及び安息香酸0.04gをそれぞれジエ  
32 チルエーテル5mLに溶かし、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び  
33 標準溶液(3)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ  
34 フィー(2.03)により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)、  
35 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  
36 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  
37 ポットする。次にクロロホルム/アセトン/酢酸(100)混液  
38 (45:5:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
39 風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試  
40 料溶液から得た3個のスポットのR<sub>f</sub>値は、標準溶液(1)、標準  
41 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<sub>f</sub>値  
42 に等しい。また、この薄層板に塩化鉄(III)試液を均等に噴霧  
43 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  
44 る位置の試料溶液から得たスポットは、紫色を呈する。

## 45 定量法

46 (1) ヨウ素 本品4mLを正確に量り、エタノール(95)を加

47 えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ素  
48 約1.2g及び105°Cで4時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約  
49 0.8gをそれぞれ精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確  
50 に100mLとする。この液4mLを正確に量り、エタノール  
51 (95)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
52 及び標準溶液3mLずつを正確に量り、それぞれにクロロホル  
53 ム/ヘキサン混液(2:1)25mLを正確に加えて振り混ぜ、  
54 更に水10mLを正確に加えて振り混ぜた後、クロロホルム/  
55 ヘキサン層を分取し、[水層は(2)に用いる]、脱脂綿でろ過す  
56 る。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液(2:1)を対照  
57 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。試  
58 料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長512nmに  
59 おける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

$$60 \text{ ヨウ素(I)の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S \times 1/25$$

61 M<sub>S</sub>: 定量用ヨウ素の秤取量(mg)

62 (2) ヨウ化カリウム (1)の試料溶液及び標準溶液から得  
63 た水層8mLずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸(1  
64 →2)1mL及び亜硝酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜ、  
65 直ちにクロロホルム/ヘキサン混液(2:1)10mLを正確に加  
66 えて振り混ぜ、更に水10mLを正確に加えて振り混ぜた後、  
67 以下(1)と同様に操作する。

$$68 \text{ ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S \times 1/25$$

69 M<sub>S</sub>: 定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

70 (3) サリチル酸、フェノール及び安息香酸 本品2mLを  
71 正確に量り、薄めたメタノール(1→2)20mLを加える。この  
72 液に0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液をヨウ素の色が消える  
73 まで加えた後、内標準溶液20mLを正確に加え、更に薄めた  
74 メタノール(1→2)を加えて200mLとし、試料溶液とする。  
75 別にデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥した定量用サリ  
76 チル酸約0.2g、定量用フェノール約80mg及びデシケーター  
77 (シリカゲル)で3時間乾燥した安息香酸約0.32gをそれぞれ精  
78 密に量り、薄めたメタノール(1→2)に溶かし、正確に50mL  
79 とする。この液25mLを正確に量り、内標準溶液20mLを正  
80 確に加え、更に薄めたメタノール(1→2)を加えて200mLと  
81 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3μLにつき、次  
82 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。  
83 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、フ  
84 フェノール及び安息香酸のピーク面積の比Q<sub>Ta</sub>、Q<sub>Tb</sub>及びQ<sub>Tc</sub>並  
85 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、  
86 フェノール及び安息香酸のピーク面積の比Q<sub>sa</sub>、Q<sub>sb</sub>及びQ<sub>sc</sub>  
87 を求める。

$$88 \text{ サリチル酸(C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{)の量(mg)} = M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/2$$

$$89 \text{ フェノール(C}_6\text{H}_6\text{O)の量(mg)} = M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/2$$

$$90 \text{ 安息香酸(C}_7\text{H}_6\text{O}_2\text{)の量(mg)} = M_{Sc} \times Q_{Tc} / Q_{Sc} \times 1/2$$

91 M<sub>sa</sub>: 定量用サリチル酸の秤取量(mg)

92 M<sub>sb</sub>: 定量用フェノールの秤取量(mg)

93 M<sub>sc</sub>: 安息香酸の秤取量(mg)

94 内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液(1→1000)  
95 操作条件

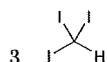
## 2 ヨード・サリチル酸・フェノール精

- 96 検出器：紫外吸光度計(測定波長：270nm)  
97 カラム：内径約4mm, 長さ25~30cmのステンレス管に  
98 5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
99 ル化シリカゲルを充てんする。  
100 カラム温度：室温  
101 移動相：pH7.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノール  
102 混液(3:1)  
103 流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整  
104 する。  
105 カラムの選定：安息香酸0.2g, サリチル酸0.2g及びテオ  
106 フィリン0.05gを薄めたメタノール(1→2)100mLに溶  
107 かす。この液10mLに薄めたメタノール(1→2)90mL  
108 を加える。この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作す  
109 るとき、安息香酸、サリチル酸、テオフィリンの順に  
110 溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用  
111 いる。  
112 貯法  
113 保存条件 遮光して保存する。  
114 容器 気密容器。

1 ヨードホルム

1 ヨードホルム

2 Iodoform



4  $\text{CHI}_3$  : 393.73

5 Triiodomethane

6 [75-47-8]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ヨードホルム  
8 ( $\text{CHI}_3$ )99.0%以上を含む。

9 性状 本品は光沢のある黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特異  
10 なにおいがある。

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

13 本品は常温でわずかに揮散する。

14 融点：約120°C(分解)。

15 確認試験 本品0.1gを加熱するとき、紫色のガスを発生する。

16 純度試験

17 (1) 水溶性着色物及び液性 本品を粉末とし、その2.0gに  
18 水5mLを加え、1分間よく振り混ぜた後、放置し、上澄液を  
19 ろ過するとき、ろ液は無色で中性である。

20 (2) 塩化物 (1.03) 本品を粉末とし、その3.0gに水75mL  
21 を加え、1分間よく振り混ぜた後、放置し、上澄液をろ過す  
22 る。ろ液25mLをとり、希硝酸6mL及び水を加えて50mLと  
23 する。これを検液とし、試験を行う。比較液には、  
24 0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.011%以下)。

25 (3) 硫酸塩 (1.14) (2)のろ液25mLをとり、希塩酸1mL  
26 及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。  
27 比較液には、0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.017%以下)。

28 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, シリカゲル, 24時間)。

29 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

30 定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、500mLの  
31 共栓フラスコに入れ、エタノール(95)20mLを加えて溶かし、  
32 0.1mol/L硝酸銀液30mLを正確に加え、次に硝酸10mLを加  
33 え、密栓して振り混ぜ、暗所に16時間以上放置した後、水  
34 150mLを加え、過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アン  
35 モニウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄  
36 (III)試液5mL)。同様の方法で空試験を行う。

37 0.1mol/L硝酸銀液1mL=13.12mg  $\text{CHI}_3$

38 貯法

39 保存条件 遮光して保存する。

40 容器 気密容器。

# 1 ラウリル硫酸ナトリウム

## 1 ラウリル硫酸ナトリウム

### 2 Sodium Lauryl Sulfate

3 本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム( $C_{12}H_{25}NaO_4S$  :  
4 288.38)からなるアルキル硫酸ナトリウムである。

5 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は粉末で、わずかに特異な  
6 においがある。

7 本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくい。

8 本品1gは水10mLに澄明に又は混濁して溶け、これを振り  
9 混ぜるとき、泡立つ。

### 10 確認試験

11 (1) 総アルコール量で得た残留物0.2gに臭素・シクロヘキ  
12 サン試液4mLを加えてよく振り混ぜた後、*N*-ブロモスクシ  
13 ンイミド0.3gを加え、80℃の水浴中で5分間加熱するとき、  
14 液は赤色を呈する。

15 (2) 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応(1)  
16 (1.09)を呈する。

17 (3) 本品の水溶液(1→10)に希塩酸を加えて酸性とし、穏  
18 やかに煮沸した液は、冷後、硫酸塩の定性反応(1.09)を呈  
19 する。

### 20 純度試験

21 (1) アルカリ 本品1.0gを水100mLに溶かし、フェノー  
22 ルレッド試液2滴及び0.1mol/L塩酸0.60mLを加えるとき、  
23 液は黄色である。

24 (2) 塩化ナトリウム 本品約5gを精密に量り、水50mLに  
25 溶かし、必要ならば希硝酸を加えて中性とし、0.1mol/L塩  
26 化ナトリウム試液5mLを正確に加え、0.1mol/L硝酸銀液で  
27 滴定(2.50)する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液2  
28 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

29  $0.1\text{mol/L}$ 硝酸銀液1mL=5.844mg NaCl

30 塩化ナトリウム(NaCl : 58.44)の量は次の硫酸ナトリウム  
31 ( $Na_2SO_4$  : 142.04)の量と合わせて8.0%以下である。

32 (3) 硫酸ナトリウム 本品約1gを精密に量り、水10mLに  
33 溶かし、エタノール(95)100mLを加えて沸点近くで2時間加  
34 熱し、温時、沈殿をガラスろ過器(G4)でろ過し、沸騰エタノ  
35 ール(95)100mLで洗い、水150mLで溶かして洗い込み、塩  
36 酸10mLを加えて沸騰するまで加熱し、塩化バリウム試液  
37 25mLを加え、一夜放置する。沈殿をろ取し、洗液に硝酸銀  
38 試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い、乾燥し、徐々  
39 に温度を上げ500～600℃で恒量になるまで強熱した後、質  
40 量を量り、硫酸バリウム( $BaSO_4$  : 233.39)の量とする。

41 硫酸ナトリウム( $Na_2SO_4$ )の量(mg)

42 =硫酸バリウム( $BaSO_4$ )の量(mg)×0.609

43 (4) 未反応アルコール 本品約10gを精密に量り、水  
44 100mLに溶かし、エタノール(95)100mLを加えて分液漏斗  
45 に入れ、石油ベンジン50mLずつで3回抽出する。乳化して  
46 分離しにくいときは、塩化ナトリウムを加える。全石油ベン  
47 ジン抽出液を合わせ、水50mLずつで3回洗い、水浴上で石  
48 油ベンジンを留去し、次に105℃で30分間乾燥し、質量を量  
49 るとき、その量は4.0%以下である。

50 水分(2.48) 5.0%以下(0.5g, 直接滴定)。

51 総アルコール量 本品約5gを精密に量り、水150mL及び塩酸  
52 50mLを加え、還流冷却器を付け、4時間煮沸する。冷後、  
53 ジエチルエーテル75mLずつで2回抽出し、ジエチルエーテ  
54 ル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去し、次  
55 に105℃で30分間乾燥し、質量を量るとき、その量は59.0%  
56 以上である。

57 貯法 容器 密閉容器。

1 ラウロマクロゴール

1 ラウロマクロゴール

2 Lauromacrogol

3 ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル

4 本品はラウリルアルコールに酸化エチレンを付加重合させ

5 て得られるポリオキシエチレンエーテルである。

6 性状 本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色のワセリン様若

7 しくはろう状の固体で、特異なおいがあり、味はやや苦く、

8 わずかに刺激性である。

9 本品はエタノール(95)、ジエチルエーテル又は四塩化炭素

10 に極めて溶けやすい。

11 本品は水に溶けやすいか、又は微細な油滴状となる。

12 確認試験

13 (1) 本品0.5gに水10mL及びチオシアン酸アンモニウム・

14 硝酸コバルト(II)試液5mLを加えてよく振り混ぜ、次にクロ

15 ロホルム5mLを加え、振り混ぜて放置するとき、クロホル

16 ルム層は青色を呈する。

17 (2) 本品0.35gを四塩化炭素10mLに溶かした液につき、

18 赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の溶液法により、0.1mm

19 の固定セルを用いて測定するとき、波数 $1347\text{cm}^{-1}$ 、 $1246\text{cm}^{-1}$

20 及び $1110\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

21 純度試験

22 (1) 酸 本品10.0gをフラスコに入れ、中和エタノール

23 50mLを加え、水浴上で1～2回振り混ぜながらほとんど沸騰

24 するまで加熱する。冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム液

25 5.3mL及びフェノールフタレイン試液5滴を加えるとき、液

26 の色は赤色である。

27 (2) 不飽和化合物 本品0.5gに水10mLを加えて振り混ぜ、

28 臭素試液5滴を加えるとき、試液の色は消えない。

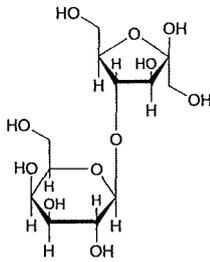
29 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

30 貯法 容器 気密容器。

1 ラクトロース

1 ラクトロース

2 Lactulose



4  $C_{12}H_{22}O_{11}$  : 342.30

5  $\beta$ -D-Galactopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-D-fructose

6 [4618-18-2]

7 本品は乳糖をアルカリの存在下で異性化し、イオン交換樹脂を用いて精製して得た水溶液である。

8 本品は定量するとき、ラクトロース( $C_{12}H_{22}O_{11}$ )50.0~

9 56.0%を含む。

10 性状 本品は無色~淡黄色澄明の粘性の液で、においはなく、

11 味は甘い。

12 本品は水又はホルムアミドと混和する。

13 確認試験

14 (1) 本品0.7gに水10mL、セモリブデン酸六アンモニウム

15 四水和物溶液(1 $\rightarrow$ 25)10mL及び酢酸(100)0.2mLを加え、5~

16 10分間水浴中で加熱するとき、液は青色を呈する。

17 (2) 本品0.3gと水30mLを混和し、0.5mol/Lヨウ素試液

18 16mLを加え、直ちに8mol/L水酸化ナトリウム試液2.5mLを

19 加えて7分間放置した後、薄めた硫酸(3 $\rightarrow$ 20)2.5mLを加える。

20 この液に液の色が淡黄色になるまで亜硫酸ナトリウム飽和溶

21 液を加え、次にメチルオレンジ試液3滴を加え、水酸化ナト

22 リウム溶液(4 $\rightarrow$ 25)で中和し、更に水を加えて100mLとする。

23 この液10mLをとり、フェーリング試液5mLを加えて5分間

24 煮沸するとき、赤色の沈殿を生じる。

25 pH (2.54) 本品2.0gを水15mLに溶かした液のpHは3.5~

26 5.5である。

27 比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$  : 1.320~1.360

28 純度試験

29 (1) 重金属 (1.07) 本品5.0gをとり、第4法により操作し、

30 試験を行う。比較液には鉛標準液2.5mLを加える(5ppm以

31 下)。

32 (2) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調

33 製し、試験を行う(2ppm以下)。

34 (3) ガラクトース及び乳糖 定量法で得た試料溶液及び標

35 準溶液のクロマトグラムのガラクトース及び乳糖に相当する

36 ピーク高さを測定し、試料溶液の内標準物質のピーク高さ

37 に対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 $Q_{Ta}$ 及び $Q_{Tb}$

38 並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクト

39 ース及び乳糖のピーク高さの比 $Q_{Sa}$ 及び $Q_{Sb}$ を求めるとき、

40 ガラクトースの量は11%以下で、乳糖の量は6%以下である。

41 ガラクトース( $C_6H_{12}O_6$ )の量(mg)= $M_S \times Q_{Ta} / Q_{Sa}$

42  $M_S$  : D-ガラクトースの秤取量(mg)

43 乳糖( $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ )の量(mg)= $M_S \times Q_{Tb} / Q_{Sb}$

44  $M_S$  : 乳糖水和物の秤取量(mg)

45 乾燥減量 (2.41) 35%以下(0.5g, 減圧, 80°C, 5時間)。

46 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

47 定量法 本品約1gを精密に量り、内標準溶液10mLを正確に

48 加え、更に水を加えて50mLとし、試料溶液とする。別にラク

49 ツロース標準品約0.5g、D-ガラクトース約80mg及び乳糖

50 一水和物約40mgを精密に量り、内標準溶液10mLを正確に

51 加え、更に水を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶

52 液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラ

53 フィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク高さ

54 に対するラクトロースのピーク高さの比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

55 ラクトロース( $C_{12}H_{22}O_{11}$ )の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S$

56  $M_S$  : ラクトロース標準品の秤取量(mg)

57 内標準溶液 D-マンニトール溶液(1 $\rightarrow$ 20)

58 試験条件

59 検出器 : 示差屈折計

60 カラム : 内径8mm, 長さ50cmのステンレス管に11 $\mu$ m

61 の液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換

62 樹脂(架橋度6%)を充てんする。

63 カラム温度 : 75°C付近の一定温度

64 移動相 : 水

65 流量 : ラクトロースの保持時間が約18分になるように

66 調整する。

67 システム適合性

68 システムの性能 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で

69 操作するとき、ラクトロース、内標準物質の順に溶出

70 し、その分離度は8以上である。

71 システムの再現性 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件

72 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さ

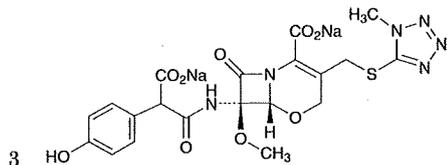
73 に対するラクトロース、ガラクトース及び乳糖の各々

74 のピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である。

75 貯法 容器 気密容器。

1 ラタモキシセフナトリウム

2 Latamoxef Sodium



4 C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>6</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>S : 564.44

5 Disodium(6*R*,7*R*)-7-[2-carboxylato-

6 2-(4-hydroxyphenyl)acetyl-amino]-7-methoxy-3-(1-methyl-

7 1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-oxa-

8 1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

9 [64953-12-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり830～  
11 940μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ラタモキシフ  
12 (C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>N<sub>6</sub>O<sub>9</sub>S : 520.47)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である。

14 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
15 エタノール(95)に溶けにくい。

16 確認試験

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

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

25 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)  
26 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  
27 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  
28 共鳴スペクトル測定法(2.21)により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ  
29 3.5ppm付近及びδ 4.0ppm付近にそれぞれ一対のシグナルA  
30 及びBを示し、各シグナルの面積強度比A : Bはほぼ1 : 1で  
31 ある。

32 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

33 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -32～-40°(脱水物に換算したもの  
34 0.5g, pH7.0のリン酸塩緩衝液, 50mL, 100mm)。

35 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0～  
36 7.0である。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は澄明で、  
39 液の色は次の比較液より濃くない。

40 比較液 : 塩化コバルト(II)の色と比較原液3.0mL及び塩化  
41 鉄(III)の色と比較原液36mLの混液に薄めた希塩酸(1→  
42 10)11mLを加えた液2.5mLをとり、薄めた希塩酸(1→  
43 10)7.5mLを加える。

44 (2) 重金属(1.07) 本品を、塊がある場合は粉末とし、  
45 1.0gをとり、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸マグネシウ  
46 ム六水和物のエタノール溶液(1→10)10mLを加え、エタノ  
47 ールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸1mLを加え、以下

48 第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液  
49 2.0mLを加える(20ppm以下)。

50 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gを水20mLに溶かし、これを検  
51 液とし、試験を行う(2ppm以下)。

52 (4) 類縁物質 本品25mgを水に溶かして50mLとし、試  
53 料溶液とする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確  
54 に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
55 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  
56 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
57 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のラタモキシセ  
58 フの2つのピークのうち、最初に溶出するピークに対する相  
59 対保持時間約0.5の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオ  
60 ールのピーク面積は、標準溶液のラタモキシセフのピーク面積  
61 より大きくなく、相対保持時間約1.7のデカルボキシラタモ  
62 キセフナトリウムのピーク面積は、標準溶液のラタモキシセフ  
63 のピーク面積の2倍より大きくない。ただし、1-メチル-  
64 1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積は感度係数  
65 0.52を乗じて補正する。

66 試験条件

67 定量法の試験条件を準用する。

68 システム適合性

69 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

70 システムの再現性 : 標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
71 試験を6回繰り返すとき、ラタモキシセフのピーク面積  
72 の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 水分(2.48) 5.0%以下(0.5g, 容量滴定法, 逆滴定)。

74 異性体比 本品25mgを水に溶かし、50mLとし、試料溶液と  
75 する。試料溶液5μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ  
76 イー(2.01)により試験を行い、保持時間10分付近に近接し  
77 て現れる2個のピークにつき、溶出順にその面積A<sub>a</sub>及びA<sub>b</sub>を  
78 測定するとき、A<sub>a</sub>/A<sub>b</sub>は0.8～1.4である。

79 試験条件

80 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254nm)

81 カラム : 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に10μm  
82 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
83 リカゲルを充てんする。

84 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

85 移動相 : 酢酸アンモニウム7.7gを水に溶かし、1000mL  
86 とする。この液950mLにメタノール50mLを加える。

87 流量 : ラタモキシセフの2つのピークのうち、最初に溶出  
88 するピークの保持時間が約8分になるように調整する。

89 システム適合性

90 システムの性能 : 試料溶液5μLにつき、上記の条件で操  
91 作するとき、ラタモキシセフの2つのピークの間隔度は  
92 3以上である。

93 システムの再現性 : 試料溶液5μLにつき、上記の条件で  
94 試験を3回繰り返すとき、ラタモキシセフの2つのピー  
95 クのうち、最初に溶出するピークの面積の相対標準偏  
96 差は2.0%以下である。

97 定量法 本品及びラタモキシセフアンモニウム標準品約25mg(力  
98 価)に対応する量を精密に量り、それぞれに内標準溶液5mL  
99 を正確に加えて溶かし、水を加えて50mLとし、試料溶液及  
100 び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μLにつき、次の  
101 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、

## 2 ラタモキセフナトリウム

102 内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積  
103 の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

104 ラタモキセフ ( $C_{20}H_{20}N_6O_9S$ ) の量 [ $\mu\text{g}$ (力価)]

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

106  $M_S$  : ラタモキセフアンモニウム標準品の秤取量 [ $\text{mg}$ (力  
107 価)]

108 内標準溶液  $m$ -クレゾール溶液(3→200)

109 試験条件

110 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

111 カラム : 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に10 $\mu\text{m}$   
112 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
113 リカゲルを充てんする。

114 カラム温度 : 25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

115 移動相 : リン酸二水素カリウム6.94g, リン酸水素二ナ  
116 トリウム十二水和物3.22g及び臭化テトラ $n$ -ブチル  
117 アンモニウム1.60gを水に溶かし, 正確に1000mLと  
118 する。この液750mLにメタノール250mLを加える。

119 流量 : ラタモキセフの保持時間が約7分になるように調  
120 整する。

121 システム適合性

122 システムの性能 : 標準溶液5 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で操  
123 作するとき, ラタモキセフ, 内標準物質の順に溶出し,  
124 その分離度は5以上である。

125 システムの再現性 : 標準溶液5 $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で  
126 試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に  
127 対するラタモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差  
128 は1.0%以下である。

129 貯法

130 保存条件 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下で保存する。

131 容器 気密容器。

1 ラッカセイ油

1 ラッカセイ油

2 Peanut Oil

3 OLEUM ARACHIDIS

4 落花生油

5 本品はラッカセイ *Arachis hypogaea* Linné  
6 (*Leguminosae*)の種子から得た脂肪油である。

7 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  
8 においがあり、味は緩和である。

9 本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する。

10 本品はエタノール(95)に溶けにくい。

11 比重  $d_{25}^{25}$  : 0.909~0.916

12 脂肪酸の凝固点 : 22~33°C

13 確認試験 本品5gに水酸化ナトリウム溶液(3→10)2.5mL及び  
14 エタノール(95)12.5mLを加え、煮沸してけん化した後、蒸  
15 発してエタノールを除き、残留物を温湯50mLに溶かし、こ  
16 れに過量の希塩酸を加え、脂肪酸を遊離させる。この液を冷  
17 却して分離した脂肪酸をとり、ジエチルエーテル75mLに溶  
18 かし、酢酸鉛(II)三水合物1gをエタノール(95)40mLに溶か  
19 した液を加え、18時間放置した後、液をろ過器に傾斜して  
20 ろ過し、沈殿はジエチルエーテルを用いてこのろ過器に洗い  
21 込み吸引ろ過する。沈殿をビーカーに移し、希塩酸40mL及  
22 び水20mLを加えて加熱し、油層が全く澄明となったとき、  
23 これを冷却して水層を傾斜して除く。脂肪酸に薄めた塩酸(1  
24 →100)50mLを加え、煮沸した後、冷却して水層を除く。薄  
25 めた塩酸(1→100)50mLを用い、更に1回この操作を繰り返  
26 した後、脂肪酸0.1gをとり、エタノール(95)10mLに溶かし、  
27 これに硫化ナトリウム試液2滴を加えても暗色を呈しなくな  
28 ったとき、脂肪酸を凝固させる。これをろ紙の間で圧して水  
29 分を除き、薄めたエタノール(9→10)25mLを加え、わずかに  
30 加温して溶かし、15°Cに冷却して脂肪酸を析出させた後、  
31 ろ取し、薄めたエタノール(9→10)20mLで洗浄する。薄め  
32 たエタノール(9→10)25mL及び20mLを用い、更に1回この  
33 操作を繰り返した後、デンケーター(酸化リン(V)、減圧)で4  
34 時間乾燥するとき、その融点 (I.13) は73~76°Cである。

35 酸価 (I.13) 0.2以下。

36 けん化価 (I.13) 188~196

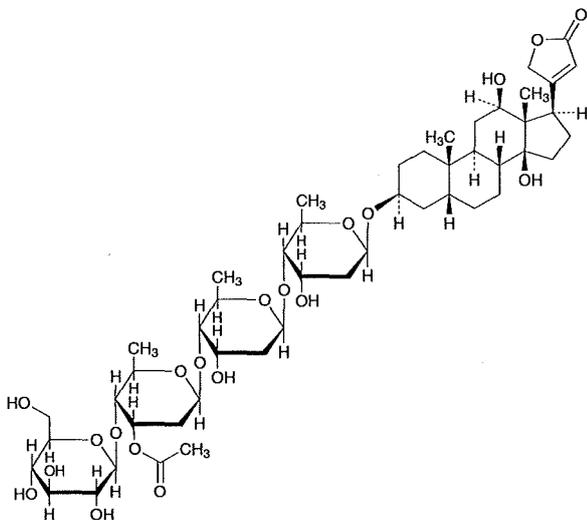
37 不けん化物 (I.13) 1.5%以下。

38 ヨウ素価 (I.13) 84~103

39 貯法 容器 気密容器。

## 1 ラナトシドC

## 2 Lanatoside C



3

4  $C_{49}H_{76}O_{20}$  : 985.12

5 3β-[β-D-Glucopyranosyl-(1→4)-3-O-acetyl-2,6-dideoxy-

6 β-D-ribo-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-ribo-

7 hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-ribo-

8 hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-

9 20(22)-enolide

10 [17575-22-3]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、ラナトシドC  
12 ( $C_{49}H_{76}O_{20}$ )90.0~102.0%を含む。

13 性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、に  
14 おいはない。

15 本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)に溶  
16 けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験 本品1mgを内径約10mmの小試験管にとり、塩化鉄  
19 (Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000)1mLを加えて溶か  
20 し、硫酸1mLを穏やかに加えて二層とするとき、境界面に  
21 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  
22 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。

23 純度試験 類縁物質 本品10mgをとり、メタノール5mLを正  
24 確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にラナトシドC標準  
25 品1.0mgをとり、メタノール5mLを正確に加えて溶かし、標  
26 準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
27 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液20μLずつ  
28 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  
29 層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/水  
30 混液(84 : 15 : 1)を展開溶媒として約13cm展開した後、薄層  
31 板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧した後、110℃で  
32 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  
33 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  
34 つ濃くない。

35 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +32~+35°(乾燥後, 0.5g, メタノ  
36 ール, 25mL, 100mm)。

37 乾燥減量 (2.41) 7.5%以下(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 60℃,  
38 4時間)。

39 強熱残分 (2.44) 0.5%以下(0.1g)。

40 定量法 本品及びラナトシドC標準品を乾燥し、その約50mg  
41 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  
42 25mLとする。これらの液5mLずつを正確に量り、それぞれ  
43 にメタノールを加えて正確に100mLとし、試料溶液及び標  
44 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量  
45 り、それぞれ遮光した25mLのメスフラスコに入れ、2,4,6-  
46 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  
47 (1→10)0.5mLずつを加えてよく振り混ぜた後、メタノール  
48 を加えて25mLとし、18~22℃で25分間放置する。これら  
49 の液につき、メタノール5mLを用いて同様に操作して得た  
50 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を  
51 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  
52 485nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

53 ラナトシドC( $C_{49}H_{76}O_{20}$ )の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

54  $M_S$  : ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

## 55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

# 1 ラナトシドC錠

## 1 ラナトシドC錠

### 2 Lanatoside C Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0~110.0%に対応する  
4 ラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>: 985.12)を含む。

5 製法 本品は「ラナトシドC」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

### 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラナトシドC」1mg  
9 に対応する量を取り、ジエチルエーテル3mLを加え、振り  
10 混ぜてろ過し、残留物はジエチルエーテル3mLずつで2回洗  
11 った後、風乾する。これにクロロホルム/メタノール混液  
12 (9:1)10mLを加え、振り混ぜてろ過し、残留物は更にクロ  
13 ロホルム/メタノール混液(9:1)5mLずつで2回洗い、ろ液  
14 及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発し、液が少量となったとき、  
15 内径約10mmの小試験管に移し、更に水浴上で蒸発乾固し、  
16 以下「ラナトシドC」の確認試験を準用する。

17 (2) 定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロ  
18 マトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標  
19 準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを  
20 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  
21 /メタノール/水混液(84:15:1)を展開溶媒として約13cm  
22 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  
23 し、110°Cで10分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液か  
24 ら得たスポットは、黒色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

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

27 本品1個をとり、水5mLを加えて加温して崩壊させ、エタ  
28 ノール(95)30mLを加え、超音波を用いて粒子を小さく分散  
29 させた後、1mL中にラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)約5μgを含む液  
30 となるようにエタノール(95)を加えて正確にV mLとし、ろ  
31 過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とす  
32 る。別にラナトシドC標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として  
33 60°Cで4時間減圧乾燥し、その約25mgを精密に量り、エタ  
34 ノール(95)に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを  
35 正確に量り、水10mL及びエタノール(95)を加えて100mLと  
36 し、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び薄めたエタ  
37 ノール(17→20)2mLずつを正確に量り、あらかじめ0.012g/dL  
38 L-アスコルビン酸・塩酸試液を正確に10mLずつ入れた褐色  
39 の共栓試験管T、S及びBに加え、直ちに希過酸化水素試  
40 液1mLずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後、25~30°C  
41 の一定温度で40分間放置する。これらの液につき、蛍光光  
42 度法(2.22)により試験を行い、励起の波長355nm、蛍光の  
43 波長490nmにおける蛍光の強さF<sub>T</sub>、F<sub>S</sub>及びF<sub>B</sub>を測定する。

44 ラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)の量(mg)

$$45 = M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V / 5000$$

46 M<sub>S</sub>: ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

47 溶出性(6.10) 試験液に薄めた塩酸(3→500)500mLを用い、  
48 パドル法により、毎分100回転で試験を行うとき、本品の60  
49 分間の溶出率は65%以上である。本品は繰り返し試験の規  
50 定を適用しない。

51 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液

52 20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルター  
53 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
54 確に量り、表示量に従い1mL中にラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)約  
55 0.5μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLと  
56 し、試料溶液とする。別にラナトシドC標準品を酸化リン(V)  
57 を乾燥剤として60°Cで4時間減圧乾燥し、表示量の100倍量  
58 を精密に量り、エタノール(95)を加えて溶かし、正確に  
59 100mLとする。この液1mLを正確に量り、試験液を加えて  
60 正確に500mLとし、37±0.5°Cで60分間加温した後、標準溶  
61 液とする。試料溶液、標準溶液及び試験液3mLずつを正確  
62 に量り、それぞれを褐色共栓試験管T、S及びBに入れる。  
63 これらに0.012g/dL-L-アスコルビン酸・塩酸試液10mLずつ  
64 を正確に加え、振り混ぜる。直ちに薄めた過酸化水素試液(1  
65 →100)0.2mLずつを正確に加え、よく振り混ぜ、30~37°C  
66 の一定温度で45分間放置する。これらの液につき、直ちに  
67 蛍光光度法(2.22)により試験を行い、励起の波長355nm、  
68 蛍光の波長490nmにおける蛍光の強さF<sub>T</sub>、F<sub>S</sub>及びF<sub>B</sub>を測定  
69 する。

70 ラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$71 = M_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times V' / V \times 1 / C$$

72 M<sub>S</sub>: ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

73 C: 1錠中のラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)の表示量(mg)

74 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
75 とする。ラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)約5mgに対応する量を精密  
76 に量り、遮光した100mLのメスフラスコに入れ、エタノール  
77 (95)50mLを加えて15分間振り混ぜた後、エタノール(95)  
78 を加えて100mLとし、ろ過する。初めのろ液20mLを除き、  
79 次のろ液を試料溶液とする。別にラナトシドC標準品を酸化  
80 リン(V)を乾燥剤として60°Cで4時間減圧乾燥し、その約  
81 5mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100mL  
82 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5mLずつを  
83 正確に量り、それぞれを遮光した共栓試験管に入れ、アルカ  
84 リ性2,4,6-トリニトロフェノール試液3mLを正確に加えて  
85 よく振り混ぜ、22~28°Cで25分間放置する。これらの液に  
86 つき、エタノール(95)5mLを用いて同様に操作して得た液を  
87 対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。  
88 試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長490nm  
89 における吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

90 ラナトシドC(C<sub>49</sub>H<sub>76</sub>O<sub>20</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

91 M<sub>S</sub>: ラナトシドC標準品の秤取量(mg)

### 92 貯法

93 保存条件 遮光して保存する。

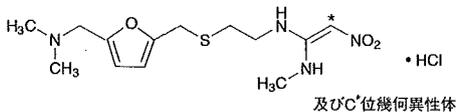
94 容器 気密容器。

1 ラニチジン塩酸塩

1 ラニチジン塩酸塩

2 Ranitidine Hydrochloride

3 塩酸ラニチジン



4

5 C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S · HCl : 350.86

6 (1*EZ*)-*N*'-{2-[(5-{(Dimethylamino)methyl}furan-  
7 2-yl)methyl)sulfanyl]ethyl}-*N*'-methyl-2-nitroethene-  
8 1,1-diamine monohydrochloride  
9 [66357-59-3]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ラニチジン塩酸塩  
11 (C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)97.5~102.0%を含む。

12 性状 本品は白色~微黄色の結晶性又は細粒状の粉末である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、  
14 エタノール(99.5)に溶けにくい。

15 本品は吸湿性である。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 融点：約140℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測  
20 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
21 トルと本品の参照スペクトル又はラニチジン塩酸塩標準品に  
22 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、  
23 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
24 認める。

25 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
26 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  
27 照スペクトル又は乾燥したラニチジン塩酸塩標準品のスペク  
28 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  
29 に同様の強度の吸収を認める。

30 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応 (1.09) を呈  
31 する。

32 pH (2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.5~  
33 6.0である。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品の水溶液(1→10)は微黄色~淡黄色澄明で  
36 ある。

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

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

42 (4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて  
43 行う。本品0.22gをメタノールに溶かし、正確に10mLとし、  
44 試料溶液とする。この液0.5mLを正確に量り、メタノールを  
45 加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液  
46 (1)6mL, 4mL, 2mL及び1mLずつを正確に量り、それぞれ  
47 にメタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液(2)、標準  
48 溶液(3)、標準溶液(4)及び標準溶液(5)とする。別にラニチジ

49 ンジアミン12.7mgをメタノールに溶かし、正確に10mLと  
50 し、標準溶液(6)とする。試料溶液及び標準溶液(1)、標準溶  
51 液(2)、標準溶液(3)、標準溶液(4)、標準溶液(5)及び標準溶液  
52 (6)につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行  
53 う。試料溶液及び標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)、  
54 標準溶液(4)及び標準溶液(5)10μLずつを薄層クロマトグラ  
55 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。  
56 別に試料溶液10μLをスポットし、その上に標準溶液  
57 (6)10μLをスポットする。速やかに酢酸エチル/2-プロパ  
58 ノール/アンモニア水(28)/水混液(25 : 15 : 5 : 1)を展開溶  
59 媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨ  
60 ウ素蒸気を飽和した密閉ガラス容器中に標準溶液(5)から得  
61 たスポットが検出されるまで放置する。標準溶液(6)から得  
62 たスポットは、試料溶液から得た主スポットと完全に分離す  
63 る。試料溶液から得たR<sub>f</sub>値約0.7のスポットは、標準溶液(1)  
64 から得たスポットより濃くなく、その他のスポットは、標準  
65 溶液(2)から得たスポットより濃くない。また、試料溶液か  
66 ら得た各類縁物質のスポットの濃さを標準溶液(1)、標準溶  
67 液(2)、標準溶液(3)、標準溶液(4)及び標準溶液(5)と比較して、  
68 各類縁物質の量を求めるとき、その合計量は1.0%以下であ  
69 る。

70 乾燥減量 (2.41) 0.75%以下(1g, 減圧, 60℃, 3時間)。

71 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

72 定量法 本品及びラニチジン塩酸塩標準品を乾燥し、その約  
73 20mgずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確  
74 に200mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
75 び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
76 トグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のラ  
77 ニチジンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

78 ラニチジン塩酸塩(C<sub>13</sub>H<sub>22</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S · HCl)の量(mg)

79 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

80 M<sub>S</sub> : ラニチジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

81 試験条件

82 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 322nm)

83 カラム : 内径4.6mm, 長さ20cmのステンレス管に  
84 10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
85 ル化シリカゲルを充てんする。

86 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

87 移動相 : メタノール/薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウ  
88 ム試液(1→5)混液(17 : 3)

89 流量 : ラニチジンの保持時間が約5分になるように調整  
90 する。

91 システム適合性

92 システムの性能 : 本品20mg及びベンザルフタリド5mg  
93 を移動相200mLに溶かす。この液10μLにつき、上記  
94 の条件で操作するとき、ベンザルフタリド、ラニチジ  
95 ンの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

96 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、ラニチジンのピーク面積  
98 の相対標準偏差は1.0%以下である。

99 貯法

100 保存条件 遮光して保存する。

2 ラニチジン塩酸塩

101 容器 気密容器.

## 1 加水ラノリン

### 1 加水ラノリン

#### 2 Hydrous Lanolin

3 本品は「精製ラノリン」に水を加えたもので、「精製ラノ  
4 リン」70～75%を含む(蒸発残分による)。

5 性状 本品は黄白色の軟膏様物質で、敗油性でないわずかに特  
6 異なおいがある。

7 本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶け、この  
8 とき、水分を分離する。

9 本品を水浴上で加熱して溶かすとき、澄明な油層及び水層  
10 に分離する。

11 融点：約39°C

12 確認試験 本品1gをシクロヘキサン50mLに溶かし、分離した  
13 水を除く。シクロヘキサン液1mLを注意して硫酸2mLの上  
14 に層積するとき、境界面は赤褐色を呈し、硫酸層は緑色の蛍  
15 光を発する。

16 酸価 (1.13) 1.0以下。

17 ヨウ素価 18～36 本品を水浴上で加熱し、ほとんど水分を  
18 蒸発した後、その約0.8gを500mLの共栓フラスコ中に精密  
19 に量り、シクロヘキサン10mLに溶かし、次にハヌス試液  
20 25mLを正確に加え、よく振り混ぜる。液が澄明にならない  
21 ときは、更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後、密栓  
22 し、遮光して20～30°Cで1時間時々振り混ぜながら放置する。  
23 次にヨウ化カリウム溶液(1→10)20mL及び水100mLを加え  
24 て振り混ぜた後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナト  
25 リウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：デンプン試液1mL)。  
26 同様の方法で空試験を行う。

27 
$$\text{ヨウ素価} = (a - b) \times 1.269 / M$$

28  $M$ : 本品の秤取量(g)

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

31  $b$ : 本品の試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の  
32 消費量(mL)。

#### 33 純度試験

34 (1) 液性 本品5gに水25mLを加え、10分間煮沸し、冷後、  
35 水を加えてもとの質量とし、水層を分取するとき、その水層  
36 は中性である。

37 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0gに水40mLを加え、10分間煮  
38 沸し、冷後、水を加えてもとの質量とし、ろ過する。ろ液  
39 20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
40 液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加  
41 える(0.036%以下)。

42 (3) アンモニア (1)の水層10mLに水酸化ナトリウム試液  
43 1mLを加え、煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リ  
44 トマス紙を青変しない。

45 (4) 水溶性有機物 (1)の水層5mLに0.002mol/L過マンガ  
46 ン酸カリウム液0.25mLを加え、5分間放置するとき、液の  
47 紅色は消えない。

48 (5) ワセリン 蒸発残分の残留物を乾燥したものを1.0gをテ  
49 トラヒドロフラン/イソオクタン混液(1:1)10mLに溶かし、  
50 試料溶液とする。同様にワセリン20mgをテトラヒドロフラ  
51 ン/イソオクタン混液(1:1)10mLに溶かし、標準溶液とす

52 る。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) に  
53 より試験を行う。試料溶液及び標準溶液25 $\mu$ Lずつを薄層ク  
54 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  
55 ポットする。次にイソオクタンを展開溶媒として約10cm展  
56 開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸(1→2)を均  
57 等に噴霧し、80°Cで5分間加熱する。冷後、これに紫外線  
58 (主波長365nm)を照射するとき、ワセリンのスポットと同じ  
59 位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない。た  
60 だし、この試験には、イソオクタンを用いてあらかじめ上端  
61 まで展開し、風乾後、110°Cで60分加熱した薄層板を用いる。  
62 蒸発残分 本品約12.5gを精密に量り、ジエチルエーテル  
63 50mLに溶かし、分液漏斗に入れ、分離した水層を別の分液  
64 漏斗に移し、ジエチルエーテル10mLを加えて振り混ぜ、ジ  
65 エチルエーテル層を前の分液漏斗に合わせる。ジエチルエー  
66 テル層に無水硫酸ナトリウム3gを加え、振り混ぜた後、乾  
67 燥ろ紙を用いてろ過し、分液漏斗及びろ紙はジエチルエーテ  
68 ル20mLずつを用いて2回洗い、洗液はろ液に合わせ、水浴  
69 上でほとんどジエチルエーテルのにおいなくなるまで蒸発  
70 した後、残留物をデシケーター(減圧、シリカゲル)で24時間  
71 乾燥するとき、その量は70～75%である。

#### 72 貯法

73 保存条件 30°C以下で保存する。

74 容器 密閉容器。

## 1 精製ラノリン

### 1 精製ラノリン

2 Purified Lanolin

3 ADEPS LANAЕ PURIFICATUS

4 本品はヒツジ *Ovis aries* Linné (*Bovidae*)の毛から得た脂  
5 肪様物質を精製したものである。

6 性状 本品は淡黄色～帯黄褐色の粘性の軟膏様の物質で、敗  
7 油性でないわずかに特異なおいがある。

8 本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに極めて溶け  
9 やすく、テトラヒドロフラン又はトルエンに溶けやすく、エ  
10 タノール(95)に極めて溶けにくい。

11 本品は水にほとんど溶けないが、2倍量の水を混和しても  
12 水を分離せず、軟膏様の粘性がある。

13 融点：37～43℃

14 確認試験 本品のシクロヘキサン溶液(1→50)1mLを注意して  
15 硫酸2mLの上に層積するとき、境界面は赤褐色を呈し、硫  
16 酸層は緑色の蛍光を発する。

17 酸価 (1.13) 1.0以下。

18 ヨウ素価 18～36 本品約0.8gを500mLの共栓フラスコに精  
19 密に量り、シクロヘキサン20mLに溶かし、次にハヌス試液  
20 25mLを正確に加え、よく振り混ぜる。液が澄明にならない  
21 ときは、更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後、密栓  
22 し、遮光して20～30℃で1時間時々振り混ぜながら放置する。  
23 次にヨウ化カリウム溶液(1→10)20mL及び水100mLを加え  
24 て振り混ぜた後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナト  
25 リウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：デンプン試液1mL)。  
26 同様の方法で空試験を行う。

27 
$$\text{ヨウ素価} = (a - b) \times 1.269 / M$$

28  $M$ ：本品の量(g)

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

31  $b$ ：本品の試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の  
32 消費量(mL)

### 33 純度試験

34 (1) 液性 本品5gに水25mLを加え、10分間煮沸し、冷後、  
35 水を加えてもとの質量とし、水層を分取するとき、その水層  
36 は中性である。

37 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0gに水40mLを加え、10分間煮  
38 沸し、冷後、水を加えてもとの質量とし、ろ過する。ろ液  
39 20mLに希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検  
40 液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加  
41 える(0.036%以下)。

42 (3) アンモニア (1)の水層10mLに水酸化ナトリウム試液  
43 1mLを加え、煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リ  
44 トマス紙を青変しない。

45 (4) 水溶性有機物 (1)の水層5mLに0.002mol/L過マンガ  
46 ン酸カリウム液0.25mLを加え、5分間放置するとき、液の  
47 紅色は消えない。

48 (5) ワセリン 本品1.0gをテトラヒドロフラン/イソオク  
49 タン混液(1：1)10mLに溶かし、試料溶液とする。同様にワ  
50 セリン20mgをテトラヒドロフラン/イソオクタン混液(1：  
51 1)10mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄

52 層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液  
53 及び標準溶液25μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
54 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオク  
55 タンを展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾す  
56 る。これに薄めた硫酸(1→2)を均等に噴霧し、80℃で5分間  
57 加熱する。冷後、これに紫外線(主波長365nm)を照射すると  
58 き、ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を  
59 発するスポットを認めない。ただし、この試験には、イソオ  
60 クタンを用いてあらかじめ上端まで展開し、風乾後、110℃  
61 で60分加熱した薄層板を用いる。

62 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 105℃, 2時間)。

63 灰分 (5.01) 0.1%以下。

64 貯法

65 保存条件 30℃以下で保存する。

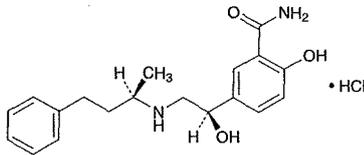
66 容器 密閉容器。

1 ラベタロール塩酸塩

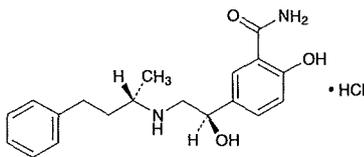
1 ラベタロール塩酸塩

2 Labetalol Hydrochloride

3 塩酸ラベタロール



及び鏡像異性体



及び鏡像異性体

4

5 C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · HCl : 364.87

6 2-Hydroxy-5-[(1*RS*)-1-hydroxy-2-[(1*RS*)-1-methyl-  
7 3-phenylpropylamino]ethyl]benzamide monohydrochloride  
8 2-Hydroxy-5-[(1*SR*)-1-hydroxy-2-[(1*SR*)-1-methyl-  
9 3-phenylpropylamino]ethyl]benzamide monohydrochloride  
10 [32780-64-6]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、ラベタロール塩酸塩 (C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · HCl)98.5~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品は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。

14 本品は0.05mol/L硫酸試液に溶ける。

15 融点：約181℃(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品の0.05mol/L硫酸試液溶液(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。

18 (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長のところに同様の強度の吸収を認める。

19 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈する。

20 pH(2.54) 本品0.5gを水50mLに溶かした液のpHは4.0~5.0である。

21 純度試験

22 (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)。

23 (2) 類縁物質 本品0.8g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

24 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10cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に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。

25 乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 3時間)。

26 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

27 異性体比 本品5mgを*n*-ブチルポロン酸の無水ピリジン溶液(3→250)0.7mLに溶かした後、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。ラベタロールの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*<sub>a</sub>及び保持時間の大きい方のピーク面積*A*<sub>b</sub>を自動積分法により測定するとき、*A*<sub>b</sub>/(*A*<sub>a</sub>+*A*<sub>b</sub>)は0.45~0.55である。

28 試験条件

29 検出器：水素炎イオン化検出器

30 カラム：内径0.53mm、長さ25m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メチルシリコーンポリマーを厚さ5μmで被覆する。

31 カラム温度：290℃付近の一定温度

32 注入口温度：350℃付近の一定温度

33 検出器温度：350℃付近の一定温度

34 キャリヤーガス：ヘリウム

35 流量：ラベタロールの2本のピークのうち、先に流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。

36 システム適合性

37 システムの性能：試料溶液2μLにつき、上記の条件で操作するとき、ラベタロールの2本のピークの分離度は1.5以上である。

38 システムの再現性：試料溶液2μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ラベタロールの保持時間の小さい方のピーク面積に対する保持時間の大きい方のピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である。

39 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)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。

40 0.1mol/L過塩素酸1mL=36.49mg C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · HCl

41 貯法 容器 気密容器。

## 1 ラベタロール塩酸塩錠

2 Labetalol Hydrochloride Tablets

3 塩酸ラベタロール錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 ラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ : 364.87)を含む。

6 製法 本品は「ラベタロール塩酸塩」をとり、錠剤の製法によ  
7 り製する。

## 8 確認試験

9 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラベタロール塩酸  
10 塩」5mgに対応する量を取り、0.05mol/L硫酸試液100mLを  
11 加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光  
12 度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波  
13 長300~304nmに吸収の極大を示す。

14 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラベタロール塩酸  
15 塩」0.25gに対応する量を取り、メタノール25mLを加えて  
16 30分間激しく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とす  
17 る。別に塩酸ラベタロール10mgをメタノール1mLに溶かし、  
18 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  
19 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lづ  
20 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用  
21 いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/2-  
22 プロパノール/水/アンモニア水(28)混液(25:15:8:2)を  
23 展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。こ  
24 れに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得  
25 た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等し  
26 い。

27 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  
28 き、適合する。

29 本品1個をとり、0.5mol/L硫酸試液5mL及び水30mLを加  
30 え、30分間激しく振り混ぜた後、水を加えて正確に50mLと  
31 し、ろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液4mLを正  
32 確に量り、1mL中にラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )  
33 約40 $\mu$ gを含む液となるように0.05mol/L硫酸試液を加え、正  
34 確にV mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ラベタロ  
35 ールを105℃で3時間乾燥し、その約20mgを精密に量り、  
36 0.05mol/L硫酸試液に溶かし、正確に50mLとする。この液  
37 5mLを正確に量り、0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に  
38 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、  
39 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
40 302nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

41 ラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$42 = M_S \times A_T / A_S \times V / 40$$

43 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸ラベタロールの秤取量(mg)

44 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
45 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
46 75%以上である。

47 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
48 20mL以上をとり、孔径0.8 $\mu$ m以下のメンブランフィルター  
49 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
50 確に量り、表示量に従い1mL中にラベタロール塩酸塩  
51 ( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )約50 $\mu$ gを含む液となるように水を加え

52 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ラ  
53 ベタロールを105℃で3時間乾燥し、その約50mgを精密に量  
54 り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確  
55 に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
56 試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
57 (2.24)により試験を行い、波長302nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及  
58 びA<sub>S</sub>を測定する。

59 ラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶  
60 出率(%)

$$61 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

62 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸ラベタロールの秤取量(mg)

63 C: 1錠中のラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )の表  
64 示量(mg)

65 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
66 とする。ラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )約1gに対応  
67 する量を精密に量り、0.5mol/L硫酸試液100mL及び水  
68 600mLを加え、30分間激しく振り混ぜた後、水を加えて正  
69 確に1000mLとし、ろ過する。初めのろ液5mLを除き、次の  
70 ろ液5mLを正確に量り、0.05mol/L硫酸試液を加えて正確に  
71 25mLとする。この液5mLを正確に量り、0.05mol/L硫酸試  
72 液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別に定量用  
73 塩酸ラベタロールを105℃で3時間乾燥し、その約40mgを精  
74 密に量り、0.05mol/L硫酸試液に溶かし、正確に100mLとす  
75 る。この液5mLを正確に量り、0.05mol/L硫酸試液を加えて  
76 正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
77 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、  
78 波長302nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

79 ラベタロール塩酸塩( $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$80 = M_S \times A_T / A_S \times 25$$

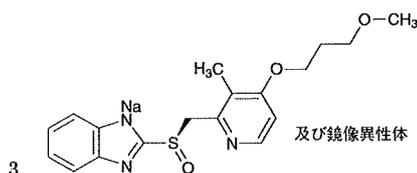
81 M<sub>S</sub>: 定量用塩酸ラベタロールの秤取量(mg)

82 貯法 容器 気密容器。

# 1 ラベプラゾールナトリウム

## 1 ラベプラゾールナトリウム

### 2 Rabeprazole Sodium



4  $C_{18}H_{20}N_3NaO_3S$  : 381.42

5 Monosodium(RS)-2-([4-(3-methoxypropoxy)-3-methylpyridin-

6 2-yl]methyl)sulfinyl]-1H-benzimidazolide

7 [117976-90-6]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ラベプラゾールナトリウム( $C_{18}H_{20}N_3NaO_3S$ )98.0~101.0%を含む。

9 性状 本品は白色~微黄白色の粉末である。

10 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けやすい。

11 本品は0.01mol/L水酸化ナトリウム試液に溶ける。

12 本品は吸湿性である。

13 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

#### 14 確認試験

15 (1) 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又はラベプラゾール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。

16 (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ラベプラゾール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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品、又は本品及びラベプラゾールナトリウム標準品をそれぞれエタノール(99.5)に溶かし、40℃でエタノール(99.5)を蒸発し、残留物を55℃で24時間減圧乾燥したものに付き、同様の試験を行う。

17 (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。

#### 18 純度試験

19 (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)。

20 (2) 類縁物質 本品50mgをメタノール/0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3:2)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/0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3:2)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10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(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、試料溶液のラベプラゾールに対する相対保持時間約0.7のピーク面積は、標準溶液のラベプラゾールのピーク面積の4/5より大きくなく、試料溶液のラベプラ

48 ゾール及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のラベプラゾールのピークの面積の1/10より大きくない。また、試料溶液のラベプラゾール以外のピークの合計面積は、標準溶液のラベプラゾールのピーク面積より大きくない。

#### 49 試験条件

50 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の条件を準用する。

51 面積測定範囲：溶媒のピークの後からラベプラゾールの保持時間の約3倍の範囲

#### 52 システム適合性

53 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、メタノール/0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3:2)を加えて正確に100mLとする。この液10 $\mu$ Lから得たラベプラゾールのピーク面積が、標準溶液のラベプラゾールのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

54 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ラベプラゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下である。

55 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ラベプラゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

56 (3) 残留溶媒 別に規定する。

57 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、24時間。ただし、試料の採取は吸湿を避けて行う)。

58 定量法 試料の採取は吸湿を避けて行う。本品及びラベプラゾールナトリウム標準品(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0.1gずつを精密に量り、それぞれをメタノール/0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3:2)に溶かし、正確に25mL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を正確に加えた後、メタノール/0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3:2)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10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するラベプラゾールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

59 ラベプラゾールナトリウム( $C_{18}H_{20}N_3NaO_3S$ )の量(mg)

$$60 = M_S \times Q_T / Q_S$$

61  $M_S$ ：乾燥物に換算したラベプラゾールナトリウム標準品の秤取量(mg)

62 内標準溶液 1-アミノ-2-メチルナフタレンのメタノール/0.01mol/L水酸化ナトリウム試液混液(3:2)溶液(1→250)

#### 63 試験条件

64 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：290nm)

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

66 カラム温度：30℃付近の一定温度

67 移動相：メタノール/pH7.0の0.05mol/Lリン酸緩衝液混液(3:2)

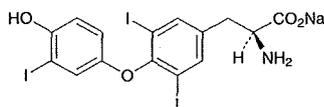
68 流量：ラベプラゾールの保持時間が約5分になるように

## 2 ラベプラゾールナトリウム

- 100 調整する。
- 101 システム適合性
- 102 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 103 操作するとき、ラベプラゾール、内標準物質の順に溶
- 104 出し、その分離度は4以上で、ラベプラゾールのシン
- 105 メトリー係数は2.0以下である。
- 106 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 107 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 108 に対するラベプラゾールのピーク面積の比の相対標準
- 109 偏差は1.0%以下である。
- 110 貯法 容器 気密容器。

## 1 リオチロニンナトリウム

## 2 Liothyronine Sodium



3

4  $C_{15}H_{11}I_4NNaO_4$  : 672.965 Monosodium *O*-(4-hydroxy-3-iodophenyl)-3,5-diiodo-6 *L*-tyrosinate

7 [55-06-1]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リオチロニン  
9 ナトリウム( $C_{15}H_{11}I_4NNaO_4$ )95.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡褐色の粉末で、においはない。

11 本品はエタノール(95)にやや溶けにくく、水又はジエチル  
12 エーテルにほとんど溶けない。

13 本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

## 14 確認試験

15 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→1000)5mLにニンヒド  
16 リン試液1mLを加え、水浴中で5分間加熱するとき、液は紫  
17 色を呈する。18 (2) 本品0.02gに硫酸数滴を加えて直火で加熱するとき、  
19 紫色のガスを発生する。20 (3) 本品のエタノール(95)溶液(1→10000)につき、紫外可  
21 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
22 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
23 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  
24 める。25 (4) 本品0.02gを強熱して炭化し、冷後、残留物に水5mL  
26 を加えて振り混ぜ、ろ過した液はナトリウム塩の定性反応

27 (1)(1.09)を呈する。

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +18～+22°(乾燥物に換算したもの  
29 0.2g, エタノール(95)/1mol/L塩酸試液混液(4:1), 10mL,  
30 100mm).

## 31 純度試験

32 (1) 可溶性ハロゲン化物 本品10mgに水10mL及び希硝  
33 酸1滴を加え、5分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水を  
34 加えて10mLとし、硝酸銀試液3滴を加えて混和するとき、  
35 液の混濁は次の比較液より濃くない。36 比較液 : 0.01mol/L塩酸0.35mLに希硝酸1滴及び水を加え  
37 て10mLとし、硝酸銀試液3滴を加える。38 (2) ヨウ素及びヨウ化物 本品0.10gに希水酸化ナトリウ  
39 ム試液10mL及び水15mLを加えて溶かした後、希硫酸5mL  
40 を加え、時々振り混ぜ10分間放置する。次にろ過し、ろ液  
41 をネスラー管に入れ、クロロホルム10mL及びヨウ素酸カリ  
42 ム溶液(1→100)3滴を加え、30秒間振り混ぜた後、静置す  
43 るとき、クロロホルム液の色は次の比較液より濃くない。44 比較液 : ヨウ化カリウム0.111gを正確に量り、水に溶か  
45 し1000mLとする。この液1mLを正確に量り、希水酸化  
46 ナトリウム試液10mL, 水14mL及び希硫酸5mLを加え  
47 て振り混ぜた後、ろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、以  
48 下同様に操作する。

49 (3) 類縁物質 本品0.15gを薄めたアンモニア試液(1→  
50 3)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量  
51 り、薄めたアンモニア試液(1→3)を加えて正確に50mLとし、  
52 標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフイ  
53 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液1μLず  
54 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  
55 薄層板にスポットする。次に $t$ -ブチルアルコール/ $t$ -アミ  
56 ルアルコール/水/アンモニア水(28)/2-ブタノン混液  
57 (59:32:17:15:7)を展開溶媒として約12cm展開した後、  
58 薄層板を風乾する。これにニンヒドリン0.3gを1-ブタノー  
59 ル/酢酸(100)混液(97:3)100mLに溶かした液を均等に噴霧  
60 し、100℃で3分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポ  
61 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  
62 ない。

63 乾燥減量(2.41) 4.0%以下(0.2g, 105℃, 2時間)。

64 定量法 本品約25mgを精密に量り、水酸化ナトリウム溶液(1  
65 →100)10mL及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液(1  
66 →100)1mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法  
67 (1.06)により検液を調製する。装置のAの上部に少量の水  
68 を入れ、注意してCをとり、水40mLでC, B及びAの内壁を  
69 洗い込む。この液に臭素・酢酸試液1mLを加え、栓Cを施し、  
70 1分間激しく振り混ぜる。水40mLでC, B及びAの内壁を洗  
71 い込み、ギ酸0.5mLを加え再び栓Cを施し、1分間激しく振  
72 り混ぜ、水40mLでC, B及びAの内壁を洗い込む。Aに窒素  
73 を十分に吹き込み、酸素と過量の臭素を追いだし、ヨウ化カ  
74 リウム0.5gを加えて溶かし、直ちに希硫酸3mLを加えて振  
75 り混ぜ、2分間放置した後、0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム  
76 液で滴定(2.50)する(指示薬 : デンプン試液3mL)。同様の  
77 方法で空試験を行い、補正する。

78 0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL

79 =0.7477mg  $C_{15}H_{11}I_4NNaO_4$ 

## 80 貯法

81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 気密容器。

## 1 リオチロニンナトリウム錠

## 2 Liothyronine Sodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 リオチロニンナトリウム( $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$ : 672.96)を含む。

5 製法 本品は「リオチロニンナトリウム」をとり、錠剤の製法  
6 により製する。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「リオチロニンナトリ  
9 ウム」0.1mgに対応する量を取り、共栓遠心沈殿管に入れ、  
10 希水酸化ナトリウム試液30mLを加えて激しく振り混ぜた後、  
11 遠心分離する。その上澄液を分液漏斗に入れ、希塩酸10mL  
12 を加え、酢酸エチル20mLずつで2回抽出する。各抽出液は  
13 順次、漏斗上に無水硫酸ナトリウム8gをのせた脱脂綿を用  
14 いてろ過する。ろ液を水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固  
15 し、残留物をメタノール0.5mLに溶かし、試料溶液とする。  
16 別に薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム  
17 10mgをとり、メタノール50mLに溶かし、標準溶液とする。  
18 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
19 試験を行う。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロ  
20 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  
21 ットする。次に $t$ -ブチルアルコール/ $t$ -アミルアルコール/  
22 水/アンモニア水(28)/2-ブタノン混液(59: 32: 17:  
23 15: 7)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾  
24 する。これにニンヒドリン0.3gを1-ブタノール/酢酸(100)  
25 混液(97: 3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで3  
26 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  
27 は、赤紫色を呈し、それらの $R_f$ 値は等しい。

28 (2) 定量法で得た呈色液は青色を呈する。

29 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  
30 する。

31 本品1個を共栓遠心沈殿管にとり、0.01mol/L水酸化ナト  
32 リウム試液10mLを正確に加え、50 $^{\circ}$ Cで15分間加熱した後、  
33 20分間激しく振り混ぜる。この液を5分間遠心分離し、上澄  
34 液を必要ならばろ過する。この液一定量を正確に量り、  
35 1mL中にリオチロニンナトリウム( $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$ )約0.5 $\mu$ g  
36 を含む液となるように0.01mol/L水酸化ナトリウム試液を加  
37 え、正確に一定量とする。この液5mLを正確に量り、内標  
38 準溶液1mLを正確に加え、試料溶液とする。試料溶液  
39 200 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01)  
40 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリオチ  
41 ロニンのピーク面積の比を求める。試料10個の個々のピー  
42 ク面積の比から平均値を計算するとき、その値と個々のピー  
43 ク面積の比との偏差(%)が15%以内のときは適合とする。ま  
44 た、偏差(%)が15%を超え、25%以内のものが1個のときは、  
45 新たに試料20個をとって試験を行う。2回の試験の合計30個  
46 の平均値と個々のピーク面積の比との偏差(%)を計算する  
47 とき、15%を超え、25%以内のものが1個以下で、かつ25%を  
48 超えるものがないときは適合とする。

49 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール/  
50 薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 10)混液(9: 1)溶液(1 $\rightarrow$ 250000)

51 試験条件

52 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 225nm)

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

56 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

57 移動相: 薄めたメタノール(57 $\rightarrow$ 100)

58 流量: リオチロニンの保持時間が約9分になるように調  
59 整する。

60 システム適合性

61 システムの性能: リオチロニンナトリウムの0.01mol/L  
62 水酸化ナトリウム試液溶液(1 $\rightarrow$ 2000000)5mLに内標  
63 準溶液1mLを加え、システム適合性試験用溶液とす  
64 る。この液200 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、  
65 内標準物質、リオチロニンの順に溶出し、その分離度  
66 は2.0以上である。

67 システムの再現性: システム適合性試験用溶液200 $\mu$ Lに  
68 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準  
69 物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積  
70 の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

71 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
72 とする。リオチロニンナトリウム( $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$ )約50 $\mu$ gに  
73 対応する量を精密に量り、めこの製乳鉢に入れ、これに粉末  
74 にした炭酸カリウム1gを加えてよく混ぜ、注意してつぼ  
75 に移し、つぼを台上で静かにたたいて内容物を密にする。  
76 この乳鉢に更に粉末にした炭酸カリウム1.5gを加え、附着し  
77 ている内容物とよく混ぜ、注意して先のつぼの上部に加え、  
78 再びたたいて密にする。これを675～700 $^{\circ}$ Cで30分間強熱し、  
79 冷後、水を加えて穏やかに加熱した後、ガラスろ過器(G4)を  
80 用いて20mLのメスフラスコにろ過する。残留物は水で洗い、  
81 洗液を合わせ、冷後、水を加えて20mLとし、試料溶液とす  
82 る。別に定量用ヨウ化カリウムを105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、そ  
83 の約75mgを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。  
84 この液5mLを正確に量り、炭酸カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 8)を加えて  
85 正確に100mLとする。更にこの液2mLを正確に量り、炭酸  
86 カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 8)を加えて正確に20mLとし、標準溶液と  
87 する。試料溶液及び標準溶液5mLずつを正確に量り、それ  
88 ぞれを共栓試験管に入れ、薄めた硫酸(4 $\rightarrow$ 25)3.0mL及び過  
89 マンガン酸カリウム試液2.0mLを加えて水浴上で15分間加  
90 熱する。冷後、薄めた亜硝酸ナトリウム試液(1 $\rightarrow$ 10)1.0mL  
91 を加えて振り混ぜた後、アミド硫酸アンモニウム溶液(1 $\rightarrow$   
92 10)1.0mLを加え、時々振り混ぜながら10分間室温に放置す  
93 る。次にバレイショデンプン試液1.0mL及び新たに製した薄  
94 めたヨウ化カリウム試液(1 $\rightarrow$ 40)1.0mLを加えて振り混ぜた  
95 後、20mLのメスフラスコに移し、共栓試験管は水を用いて  
96 洗い、洗液を合わせ、水を加えて20mLとし、10分間放置す  
97 る。これらの液につき、別に炭酸カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 8)5mLを  
98 用いて試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし、紫外可  
99 視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及び標  
100 準溶液から得たそれぞれの液の波長600nm付近の吸収極大  
101 の波長における吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

102 リオチロニンナトリウム( $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$ )の量(mg)

103  $= M_S \times A_T / A_S \times 1 / 2000 \times 1.351$

104  $M_S$ : 定量用ヨウ化カリウムの秤取量(mg)

## 2 リオチロニンナトリウム錠

105 貯法

106 保存条件 遮光して保存する。

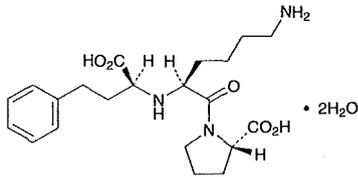
107 容器 気密容器。

1 リシノプリル水和物

1 リシノプリル水和物

2 Lisinopril Hydrate

3 リシノプリル



4  $C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$  : 441.52

5 (2S)-1-[(2S)-6-Amino-2-[(1S)-1-carboxy-  
6 3-phenylpropylamino]hexanoyl]pyrrolidine-2-carboxylic  
7 acid dihydrate  
8 [83915-83-7]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リシノプリ  
10 ル( $C_{21}H_{31}N_3O_5$  : 405.49)98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいが  
12 ある。

13 本品は水にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、  
14 エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

15 融点 : 約160°C(分解)。

16 確認試験

17 (1) 本品のメタノール溶液(1→1000)につき、紫外可視吸  
18 光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品の  
19 スペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者の  
20 スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。  
21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
22 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  
23 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の  
24 ところに同様の強度の吸収を認める。

25 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : -43.0~-47.0°(脱水物に換算した  
26 もの0.25g, pH6.4の0.25mol/L酢酸亜鉛緩衝液, 25mL,  
27 100mm)。

28 純度試験

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

32 (2) 類縁物質 本品約0.10gを水50mLに溶かし、試料溶  
33 液とする。この液3mLを正確に量り、水を加えて正確に  
34 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液15μL  
35 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
36 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
37 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリシノプリ  
38 ルに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は、標準溶液の  
39 リシノプリルのピーク面積の1/5より大きくなく、リシノ  
40 プリル及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶液の  
41 リシノプリルのピーク面積の2/15より大きくない。また、  
42 リシノプリル以外のピークの合計面積は、標準溶液のリシノ  
43 プリルのピーク面積より大きくない。

44 試験条件

45 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 215nm)

46 カラム : 内径4.0mm, 長さ20cmのステンレス管に7μm  
47 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
48 リカゲルを充てんする。

49 カラム温度 : 60°C付近の一定温度

50 移動相A : 薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試  
51 液(1→2)

52 移動相B : 薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試  
53 液(1→2)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル  
54 混液(3 : 2)

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 10	90 → 50	10 → 50
10 ~ 25	50	50

57 流量 : 毎分1.5mL

58 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からリシノプリルの保  
59 持時間の約2.5倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認 : 標準溶液2.5mLを正確に量り、水を加えて  
62 正確に50mLとする。この液15μLから得たリシノプリ  
63 ルのピーク面積が、標準溶液のリシノプリルのピー  
64 ク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

65 システムの性能 : リシノプリル10mg及び無水カフェイ  
66 ン溶液(1→1000)2mLをとり、水を加えて200mLとす  
67 る。この液15μLにつき、上記の条件で操作するとき、  
68 リシノプリル、カフェインの順に溶出し、その分離度  
69 は6以上である。

70 システムの再現性 : 標準溶液15μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、リシノプリルのピーク面  
72 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 水分(2.48) 8.0~9.5%(0.3g, 容量滴定法, 逆滴定)。

74 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

75 定量法 本品約0.66gを精密に量り、水80mLに溶かし、  
76 0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴  
77 定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

78 0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL=40.55mg  $C_{21}H_{31}N_3O_5$

79 貯法 容器 密閉容器。

## 1 リシノプリル錠

## 2 Lisinopril 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 リシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>: 405.49)を含む。

5 製法 本品は「リシノプリル水和物」をとり、錠剤の製法によ  
6 り製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いリシノプリル  
8 (C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)10mgに対応する量を取り、メタノール10mL  
9 を加えて20分間振り混ぜ、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。  
10 別にリシノプリル10mgをメタノール10mLに溶かし、標準  
11 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
12 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液30μLずつ  
13 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  
14 層板にスポットする。次にアセトニトリル/酢酸(100)/水  
15 /酢酸エチル混液(2:2:1:1)を展開溶媒として約10cm展  
16 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  
17 等に噴霧した後、120℃で加熱するとき、試料溶液から得た  
18 主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し、  
19 それらのR<sub>f</sub>値は等しい。

20 純度試験 類縁物質 本品20個以上をとり、粉末とする。表  
21 示量に従いリシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)約25mgに対応する量  
22 をとり、水25mLを加え、20分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ  
23 液を試料溶液とする。この液3mLを正確に量り、水を加え  
24 て正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
25 溶液15μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ  
26 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピ  
27 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリシ  
28 ノプリルに対する相対保持時間約2.0のジケトピペラジン体  
29 のピーク面積は、標準溶液のリシノプリルのピーク面積の2  
30 /3より大きくない。

## 試験条件

32 「リシノプリル水和物」の純度試験(2)の試験条件を準  
33 用する。

## システム適合性

35 システムの性能は「リシノプリル水和物」の純度試験  
36 (2)のシステム適合性を準用する。

37 検出の確認: 標準溶液2.5mLを正確に量り、水を加えて  
38 正確に50mLとする。この液15μLから得たリシノプ  
39 リルのピーク面積が、標準溶液のリシノプリルのピー  
40 ク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

41 システムの再現性: 標準溶液15μLにつき、上記の条件  
42 で試験を6回繰り返すとき、リシノプリルのピーク面  
43 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

44 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  
45 き、適合する。

46 本品1個をとり、本品の表示量に従いリシノプリル  
47 (C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)1mg当たり内標準溶液5mLを正確に加え、20  
48 分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、その上澄液を試料溶  
49 液とする。以下定量法を準用する。

50 リシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)の量(mg)

$$51 = M_S \times Q_T / Q_S \times C / 10$$

52 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量(mg)

53 C: 1錠中のリシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)の表示量(mg)

54 内標準溶液 無水カフェイン溶液(1→20000)

55 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により毎  
56 分50回転で試験を行うとき、本品の5mg錠の60分間及び  
57 10mg錠の90分間の溶出率はそれぞれ80%以上であり、  
58 20mg錠の90分間の溶出率は75%以上である。

59 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
60 20mL以上をとり、孔径0.5μm以下のメンブランフィルター  
61 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V' mLを正  
62 確に量り、表示量に従い1mL中にリシノプリル  
63 (C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)約5.6μgを含む液となるように水を加えて正確  
64 にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用リシノプリル  
65 (別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分(2.48)を  
66 測定しておく)約15mgを精密に量り、水に溶かし、正確に  
67 100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確  
68 に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
69 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  
70 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のリシノプリル  
71 のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

72 リシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$73 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

74 M<sub>S</sub>: 脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量(mg)

75 C: 1錠中のリシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)の表示量(mg)

## 試験条件

77 検出器、カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準  
78 用する。

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

82 流量: リシノプリルの保持時間が約7分になるように調  
83 整する。

## システム適合性

85 システムの性能: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で  
86 操作するとき、リシノプリルのピークの理論段数及び  
87 シンメトリー係数は、それぞれ1000段以上、1.5以下  
88 である。

89 システムの再現性: 標準溶液50μLにつき、上記の条件  
90 で試験を6回繰り返すとき、リシノプリルのピーク面  
91 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

92 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
93 とする。表示量に従いリシノプリル(C<sub>21</sub>H<sub>31</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)約5mgに対  
94 応する量を精密に量り、内標準溶液25mLを正確に加え、20  
95 分間振り混ぜる。この液を遠心分離し、その上澄液を試料溶  
96 液とする。別に定量用リシノプリル(別途「リシノプリル水  
97 和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約10mg  
98 を精密に量り、内標準溶液50mLを正確に加えて溶かし、標  
99 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条  
100 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内  
101 標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の  
102 比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

## 2 リシノプリル錠

- 103 リシノプリル( $C_{21}H_{31}N_3O_5$ )の量 $=M_s \times Q_T / Q_s \times 1/2$
- 104  $M_s$ : 脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量(mg)
- 105 内標準溶液 無水カフェイン溶液(1→20000)
- 106 試験条件
- 107 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 215nm)
- 108 カラム: 内径4.0mm, 長さ20cmのステンレス管に7 $\mu$ m
- 109 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
- 110 リカゲルを充てんする.
- 111 カラム温度: 60°C付近の一定温度
- 112 移動相: 薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液
- 113 (1→2)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
- 114 液(19:1)
- 115 流量: リシノプリルの保持時間が約6分になるように調
- 116 整する.
- 117 システム適合性
- 118 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で
- 119 操作するとき, リシノプリル, 内標準物質の順に溶出
- 120 し, その分離度は7以上である.
- 121 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
- 122 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
- 123 に対するリシノプリルのピーク面積の比の相対標準偏
- 124 差は1.0%以下である.
- 125 貯法 容器 密閉容器.

1 L-リシン塩酸塩

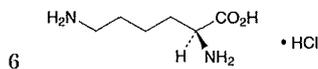
1 L-リシン塩酸塩

2 L-Lysine Hydrochloride

3 L-リジン塩酸塩

4 塩酸リジン

5 塩酸L-リジン



7  $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$  : 182.65

8 (2S)-2,6-Diaminohexanoic acid monohydrochloride

9 [657-27-2]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、L-リシン塩酸塩  
11 ( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ )98.5%以上を含む。

12 性状 本品は白色の粉末で、においはなく、わずかに特異な味  
13 がある。

14 本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール(95)にほとん  
15 ど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の  
18 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
19 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
20 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これ  
21 らのスペクトルに差を認めるときは、本品を水に溶かし、  
22 60°Cで蒸発乾燥したのものにつき、同様の試験を行う。

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

25 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +19.0~+21.5°(乾燥後, 2g,  
26 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm).

27 pH (2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは5.0~  
28 6.0である。

29 純度試験

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

32 (2) 硫酸塩 (1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
33 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

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

39 (5) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
40 製し、試験を行う(2ppm以下)。

41 (6) 類縁物質 本品0.10gを水25mLに溶かし、試料溶液  
42 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL  
43 とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mL  
44 とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ  
45 ラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  
46 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  
47 製した薄層板にスポットする。次に1-プロパノール/アン  
48 モニア水(28)混液(67:33)を展開溶媒として約10cm展開し  
49 た後、薄層板を100°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリ  
50 ンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分

51 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  
52 トは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

53 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105°C, 3時間)。

54 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ギ酸2mL  
56 に溶かし、0.1mol/L過塩素酸15mLを正確に加え、水浴上で  
57 30分間加熱する。冷後、酢酸(100)45mLを加え、過量の過  
58 塩素酸を0.1mol/L酢酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(電位  
59 差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

60 0.1mol/L過塩素酸1mL=9.132mg  $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$

61 貯法 容器 気密容器。

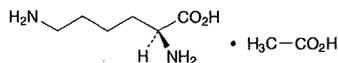
1 L-リシン酢酸塩

1 L-リシン酢酸塩

2 L-Lysine Acetate

3 酢酸L-リジン

4 L-リジン酢酸塩



6 C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub> : 206.24

7 (2S)-2,6-Diaminohexanoic acid monoacetate

8 [57282-49-2]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、L-リシン酢酸塩  
10 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)98.5~101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおにおいが  
12 あり、わずかに酸味がある。

13 本品は水に極めて溶けやすく、ギ酸に溶けやすく、エタノ  
14 ール(99.5)にほとんど溶けない。

15 本品は潮解性である。

16 確認試験

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

21 (2) 本品の水溶液(1→20)は酢酸塩の定性反応(2)(1.09)を  
22 呈する。

23 旋光度(2.49) [α]<sub>D</sub><sup>20</sup>: +8.5~+10.0°(乾燥後, 2.5g, 水,  
24 25mL, 100mm)。

25 pH(2.54) 本品1.0gを水10mLに溶かした液のpHは6.5~  
26 7.5である。

27 純度試験

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

30 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
31 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

32 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.6gをとり、試験を行う。比較  
33 液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%以下)。

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

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

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

42 (7) 類縁物質 本品約0.5gを精密に量り、塩酸0.5mL及び  
43 水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量  
44 り、0.02mol/L塩酸を加えて正確に50mLとし、試料溶液と  
45 する。別にL-アスパラギン酸、L-トレオニン、L-セリン、  
46 L-グルタミン酸、グリシン、L-アラニン、L-シスチン、  
47 L-バリン、L-メチオニン、L-イソロイシン、L-ロイシン、  
48 L-チロジン、L-フェニルアラニン、L-リジン塩酸塩、  
49 塩化アンモニウム、L-ヒスチジン及びL-アルギニンをそ  
50 れぞれ2.5mmolに対応する量を精密に量り、0.1mol/L塩酸

51 試液に溶かし、正確に1000mLとし、標準原液とする。この  
52 液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸を加えて正確に100mL  
53 とする。この液4mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸を加えて  
54 正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
55 20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
56 ー(2.01)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得  
57 たピークの高さから試料溶液1mLに含まれるリジン以外の  
58 アミノ酸の質量を求め、その質量百分率を算出するとき、リ  
59 ジン以外の各アミノ酸の量は0.1%以下である。

60 試験条件

61 検出器: 可視吸光度計(測定波長: 570nm)

62 カラム: 内径4.6mm, 長さ8cmのステンレス管に3μm  
63 のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマ  
64 トグラフィ用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充て  
65 んする。

66 カラム温度: 57°C付近の一定温度

67 反応槽温度: 130°C付近の一定温度

68 反応時間: 約1分

69 移動相: 移動相A, 移動相B, 移動相C, 移動相D及び移  
70 動相Eを次の表に従って調製後、それぞれにカプリル  
71 酸0.1mLを加える。

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D	移動相E
クエン酸一水和物	19.80g	22.00g	12.80g	6.10g	—
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19g	7.74g	13.31g	26.67g	—
塩化ナトリウム	5.66g	7.07g	3.74g	54.35g	—
水酸化ナトリウム	—	—	—	—	8.00g
エタノール(99.5)	130mL	20mL	4mL	—	100mL
チオジグリコール	5mL	5mL	5mL	—	—
ベンジルアルコール	—	—	—	5mL	—
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4mL	4mL	4mL	4mL	4mL
水	適量	適量	適量	適量	適量
全量	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL	1000mL

52 移動相の切換え: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
53 操作するとき、アスパラギン酸、トレオニン、セリン、  
54 グルタミン酸、グリシン、アラニン、シスチン、バリン、  
55 メチオニン、イソロイシン、ロイシン、チロジン、  
56 フェニルアラニン、リジン、アンモニア、ヒスチジン、  
57 アルギニンの順に溶出し、イソロイシンとロイシンの  
58 分離度が1.2以上になるように、移動相A, 移動相B,  
59 移動相C, 移動相D及び移動相Eを順次切り換える。

60 反応試薬: 酢酸リチウム二水和物204gを水に溶かし、  
61 酢酸(100)123mL, 1-メトキシ-2-プロパノール  
62 401mL及び水を加えて1000mLとし、10分間窒素を  
63 通じ、(I)液とする。別に1-メトキシ-2-プロパノ  
64 ール979mLにニンヒドリン39gを加え、5分間窒素を  
65 通じた後、水素化ホウ素ナトリウム81mgを加え、30  
66 分間窒素を通じ、(II)液とする。(I)液と(II)液を1容  
67 量と1容量の混液とする(用時製する)。

68 移動相流量: 毎分0.20mL

69 反応試薬流量: 毎分0.24mL

70 システム適合性

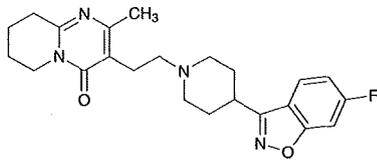
71 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
操作するとき、グリシンとアラニンの分離度は1.2以

## 2 L-リシン酢酸塩

- 93 上である。
- 94 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 95 で試験を6回繰り返すとき、標準溶液中の各アミノ酸
- 96 のピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下であり、保
- 97 持時間の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 98 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1g, 80°C, 3時間)。
- 99 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 100 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ギ酸3mL
- 101 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴
- 102 定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、
- 103 補正する。
- 104 0.1mol/L過塩素酸1mL=10.31mg  $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$
- 105 貯法 容器 気密容器。

## 1 リスペリドン

## 2 Risperidone



3

4  $C_{23}H_{27}FN_4O_2$  : 410.48

5 3-{2-[4-(6-Fluoro-1,2-benzisoxazol-3-yl)piperidin-1-yl]ethyl}-2-

6 methyl-6,7,8,9-tetrahydro-4H-pyrido[1,2-a]pyrimidin-4-one

7 [106266-06-2]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リスペリド  
9 ン( $C_{23}H_{27}FN_4O_2$ )98.5~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、  
12 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  
13 い。

## 14 確認試験

15 (1) 本品の2-プロパノール溶液(1→40000)につき、紫外  
16 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
19 認める。20 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
21 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
22 本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは  
23 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 融点(2.60) 169~173°C

## 25 純度試験

26 (1) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第4法により操作し、  
27 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以  
28 下)。29 (2) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、  
30 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
31 加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メ  
32 タノールを加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。試料  
33 溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体  
34 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
35 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  
36 料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は、標準溶液のリ  
37 スペリドンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液の  
38 リスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペ  
39 リドンのピーク面積の1.5倍より大きくない。

## 40 試験条件

41 検出器：紫外吸光度計(測定波長：260nm)

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

45 カラム温度：30°C付近の一定温度

46 移動相A：酢酸アンモニウム溶液(1→200)

47 移動相B：メタノール

48 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
49 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	70	30
2 ~ 17	70 → 30	30 → 70
17 ~ 22	30	70

50 流量：毎分1.5mL

51 面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約1.6倍の範  
52 囲

## 53 システム適合性

54 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、メタノール  
55 を加えて正確に20mLとする。この液10 $\mu$ Lから得た  
56 リスペリドンのピーク面積が、標準溶液のリスペリド  
57 ンのピーク面積の7~13%になることを確認する。58 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
59 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
60 シンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、2.0以  
61 下である。62 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
63 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
64 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

65 (3) 残留溶媒 別に規定する。

66 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 80°C, 4時間)。

67 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g, 白金るつぼ)。

68 定量法 本品約0.16gを精密に量り、2-ブタノン/酢酸(100)  
69 混液(7:1)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)  
70 する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。71 0.1mol/L過塩素酸1mL=20.52mg  $C_{23}H_{27}FN_4O_2$ 

72 貯法 容器 気密容器。

## 1 リスペリドン細粒

## 2 Risperidone Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>: 410.48)を含む。

5 製法 本品は「リスペリドン」をとり、顆粒剤の製法により  
6 製する。

7 確認試験 本品の表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応す  
8 る量を取り、2-プロパノール100mLを加え、よく振り混ぜ  
9 た後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法  
10 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長277～  
11 281nm及び283～287nmに吸収の極大を示す。

12 純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「リスペリドン」  
13 2mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール  
14 混液(3:2)20mLを加え、振り混ぜた後、孔径0.45µm以下の  
15 メンブランフィルターでろ過する。初めのろ液1mLを除き、  
16 次のろ液を試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、  
17 0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(3:2)を加えて正確に  
18 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10µL  
19 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
20 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面  
21 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリスペリ  
22 ドン以外のピークの面積は、標準溶液のリスペリドンのピー  
23 面積の1/2より大きくない。また、試料溶液のリスペリ  
24 ドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンの  
25 ピーク面積より大きくない。ただし、リスペリドンに対する相  
26 対保持時間約0.4及び約1.6のピーク面積は、自動積分法で  
27 求めた面積にそれぞれ感度係数1.9及び1.5を乗じた値とする。

## 試験条件

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

31 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリスペリドンの保  
32 持時間の約2.5倍の範囲

## システム適合性

34 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩  
35 酸試液/メタノール混液(3:2)を加えて正確に50mL  
36 とする。この液10µLから得たリスペリドンのピーク  
37 面積が、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7.5  
38 ～12.5%になることを確認する。

39 システムの性能：標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
40 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
41 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.5以下  
42 である。

43 システムの再現性：標準溶液10µLにつき、上記の条件  
44 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
45 積の相対標準偏差は2.5%以下である。

46 溶出性 (6.10) 試験液に水900mLを用い、バドル法により、  
47 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
48 75%以上である。

49 本品の表示量に従いリスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約3mgに  
50 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  
51 溶出液20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフ  
52 ilterでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液

53 5mLを正確に量り、薄めた塩酸(1→137)を加えて正確に  
54 10mLとし、試料溶液とする。別に定量用リスペリドン(別  
55 途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定  
56 しておく)約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確  
57 に50mLとする。この液15mLを正確に量り、メタノールを  
58 加えて正確に25mLとする。この液2mLを正確に量り、水を  
59 加えて正確に200mLとし、この液3mLを正確に量り、薄め  
60 た塩酸(1→137)3mLを正確に加え、標準溶液とする。試料  
61 溶液及び標準溶液100µLずつを正確にとり、次の条件で液体  
62 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
63 液のリスペリドンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

64 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
65 
$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 54 / 5$$

66 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

67 M<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

68 C: 1g中のリスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

## 試験条件

70 検出器：紫外吸光度計(測定波長：237nm)

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

74 カラム温度：25℃付近の一定温度

75 移動相：水/アセトニトリル混液(13:7)1000mLにト  
76 リフルオロ酢酸1mLを加えた後、アンモニア水(28)を  
77 加えてpH3.0に調整する。

78 流量：リスペリドンの保持時間が約3分になるように調  
79 整する。

## システム適合性

81 システムの性能：標準溶液100µLにつき、上記の条件で  
82 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
83 シンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、2.5以下  
84 である。

85 システムの再現性：標準溶液100µLにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
87 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

88 粒度 (6.03) 試験を行うとき、細粒剤の規定に適合する。

89 定量法 本品を必要ならば粉末とし、リスペリドン  
90 (C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約2mgに対応する量を精密に量り、0.1mol/L  
91 塩酸試液/メタノール混液(3:2)8mLを加え、振り混ぜた後、  
92 0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(3:2)を加えて正確に  
93 20mLとする。この液を孔径0.45µm以下のメンブランフ  
94 ilterでろ過する。初めのろ液1mLを除き、次のろ液を試  
95 料溶液とする。別に定量用リスペリドン(別途「リスペリ  
96 ドン」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約  
97 50mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液  
98 (3:2)に溶かし、正確に50mLとする。この液10mLを正確  
99 に量り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(3:2)を加えて  
100 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
101 液10µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
102 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のリスペリ  
103 ドンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

## 2 リスペリドン細粒

- 104 リスペリドン( $C_{23}H_{27}FN_4O_2$ )の量(mg)  
105  $= M_s \times A_r / A_s \times 1 / 25$
- 106  $M_s$ : 乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)
- 107 試験条件
- 108 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 275nm)
- 109 カラム: 内径3.0mm, 長さ15cmのステンレス管に  
110 3.5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
111 ル化シリカゲルを充てんする.
- 112 カラム温度: 25°C付近の一定温度
- 113 移動相: 水/アセトニトリル混液(4:1)1000mLにトリ  
114 フルオロ酢酸1.5mLを加えた後, アンモニア水(28)を  
115 加えてpH3.0に調整する.
- 116 流量: リスペリドンの保持時間が約13分になるように  
117 調整する.
- 118 システム適合性
- 119 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で  
120 操作するとき, リスペリドンのピークの理論段数及び  
121 シンメトリー係数は, それぞれ4000段以上, 2.5以下  
122 である.
- 123 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき, 上記の条件  
124 で試験を6回繰り返すとき, リスペリドンのピーク面  
125 積の相対標準偏差は1.0%以下である.
- 126 貯法 容器 気密容器.

## 1 リスペリドン錠

## 2 Risperidone 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 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>: 410.48)を含む。

5 製法 本品は「リスペリドン」をとり、錠剤の製法により製す  
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「リスペリドン」  
8 2mgに対応する量を取り、2-プロパノール100mLを加え、  
9 よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度  
10 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長  
11 277～281nm及び283～287nmに吸収の極大を示す。

12 純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い「リスベ  
13 リドン」2mgに対応する量を取り、0.1mol/L塩酸試液/メ  
14 タノール混液(3:2)20mLを加え、振り混ぜた後、孔径  
15 0.45µm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ  
16 液1mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液1mLを  
17 正確に量り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(3:2)を加  
18 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標  
19 準溶液10µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
20 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
21 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリス  
22 ペリドン以外のピーク面積は、標準溶液のリスペリドン  
23 のピーク面積の1/2より大きくない。また、試料溶液のリス  
24 ペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリ  
25 ドンのピーク面積より大きくない。ただし、リスペリドンに  
26 対する相対保持時間約0.4及び約1.6のピーク面積は、自動積  
27 分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.9及び1.5を乗じた値  
28 とする。

## 試験条件

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

32 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリスペリドンの保  
33 持時間の約2.5倍の範囲

## システム適合性

35 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩  
36 酸試液/メタノール混液(3:2)を加えて正確に50mL  
37 とする。この液10µLから得たリスペリドンのピーク  
38 面積が、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7.5  
39 ～12.5%になることを確認する。

40 システムの性能：標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
41 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
42 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.5以下  
43 である。

44 システムの再現性：標準溶液10µLにつき、上記の条件  
45 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
46 積の相対標準偏差は2.5%以下である。

47 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  
48 き、適合する。

49 本品1個をとり、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(3:  
50 2)3V/5 mLを加え、振り混ぜた後、1mL中にリスペリドン  
51 (C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)0.1mgを含む液となるように0.1mol/L塩酸試  
52 液/メタノール混液(3:2)を加えて正確にV mLとする。こ

53 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。  
54 初めのろ液1mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。以下  
55 定量法を準用する。

56 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

$$57 = M_S \times A_T / A_S \times V / 500$$

58 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

59 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
60 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
61 75%以上である。

62 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
63 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
64 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
65 正確に量り、表示量に従い1mL中にリスペリドン  
66 (C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約0.56µgを含む液となるように、薄めた塩酸  
67 (1→137)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別  
68 に定量用リスペリドン(別途「リスペリドン」と同様の条件  
69 で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約28mgを精密に量り、  
70 メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正  
71 確に量り、メタノールを加えて正確に25mLとする。この液  
72 2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、この液  
73 3mLを正確に量り、薄めた塩酸(1→137)3mLを正確に加え、  
74 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100µLずつを正確に  
75 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
76 験を行い、それぞれの液のリスペリドンのピーク面積A<sub>T</sub>及  
77 びA<sub>S</sub>を測定する。

78 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$79 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 5$$

80 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

81 C: 1錠中のリスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の表示量(mg)

## 試験条件

82 検出器：紫外吸光度計(測定波長：237nm)

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

86 カラム温度：25°C付近の一定温度

87 移動相：水/アセトニトリル混液(13:7)1000mLにと  
88 リフルオロ酢酸1mLを加えた後、アンモニア水(28)を  
89 加えてpH3.0に調整する。

90 流量：リスペリドンの保持時間が約3分になるように調  
91 整する。

## システム適合性

92 システムの性能：標準溶液100µLにつき、上記の条件で  
93 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
94 シンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、2.5以下  
95 である。

96 システムの再現性：標準溶液100µLにつき、上記の条件  
97 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
98 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

99 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
100 とする。リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約2mgに対応する量を  
101 精密に量り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液(3:2)8mL  
102  
103

## 2 リスペリドン錠

104 を加え、振り混ぜた後、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混  
105 液(3:2)を加えて正確に20mLとする。この液を孔径0.45 $\mu$ m  
106 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液1mL  
107 を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用リスペリド  
108 ン(別途「リスペリドン」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を  
109 測定しておく)約50mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液/メ  
110 タノール混液(3:2)に溶かし、正確に50mLとする。この液  
111 10mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液/メタノール混液  
112 (3:2)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
113 溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体  
114 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの  
115 液のリスペリドンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

116 リスペリドン( $C_{23}H_{27}FN_4O_2$ )の量(mg)

$$117 = M_S \times A_T / A_S \times 1/25$$

118  $M_S$ : 乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

119 試験条件

120 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 275nm)

121 カラム: 内径3.0mm、長さ15cmのステンレス管に  
122 3.5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
123 ル化シリカゲルを充てんする。

124 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

125 移動相: 水/アセトニトリル混液(4:1)1000mLにトリ  
126 フルオロ酢酸1.5mLを加えた後、アンモニア水(28)を  
127 加えてpH3.0に調整する。

128 流量: リスペリドンの保持時間が約13分になるように  
129 調整する。

130 システム適合性

131 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
132 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
133 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.5以下  
134 である。

135 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
136 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
137 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

138 貯法 容器 気密容器。

## 1 リスペリドン内服液

## 2 Risperidone Oral Solution

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する  
4 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>：410.48)を含む。

5 製法 本品は「リスペリドン」をとり、経口液剤の製法により  
6 製する。

7 性状 本品は無色澄明の液である。

8 確認試験 本品の表示量に従い「リスペリドン」2mgに対応す  
9 る容量をとり、炭酸水素ナトリウム50mg及びジエチルエー  
10 テル10mLを加え、振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄  
11 液を微温湯中で蒸発乾固する。残留物を2-プロパノール  
12 100mLに溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
13 により吸収スペクトルを測定するとき、波長277～281nm及  
14 び283～287nmに吸収の極大を示す。

15 pH 別に規定する。

16 純度試験 類縁物質 本品の表示量に従い「リスペリドン」  
17 2mgに対応する容量をとり、メタノールを加えて20mLとし、  
18 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノール/  
19 水混液(9：1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
20 試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で  
21 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ  
22 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、  
23 試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は、標準溶液の  
24 リスペリドンのピーク面積の1/2より大きくない。また、  
25 試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶  
26 液のリスペリドンのピーク面積より大きくない。ただし、リ  
27 スペリドンに対する相対保持時間約0.4及び約1.6のピーク面  
28 積は、自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.9及び  
29 1.5を乗じた値とする。

## 30 試験条件

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

33 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリスペリドンの保  
34 持時間の約2.5倍の範囲

## 35 システム適合性

36 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、メタノール  
37 /水混液(9：1)を加えて正確に50mLとする。この液  
38 10μLから得たリスペリドンのピーク面積が、標準溶  
39 液のリスペリドンのピーク面積の7.5～12.5%になる  
40 ことを確認する。

41 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
42 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
43 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上及び2.5以  
44 下である。

45 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
46 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
47 積の相対標準偏差は2.5%以下である。

48 微生物限度(4.05) 本品1mL当たり、総好気性微生物数の許  
49 容基準は10<sup>2</sup>CFU、総真菌数の許容基準は10<sup>1</sup>CFUである。

50 また、大腸菌は認めない。

51 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、  
52 適合する。

53 定量法 本品のリスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)約2mgに対応する  
54 容量を正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLとし、  
55 試料溶液とする。別に定量用リスペリドン(別途「リスペリ  
56 ドン」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約  
57 50mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLと  
58 する。この液10mLを正確に量り、水10mL及びメタノール  
59 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
60 び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
61 トグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のリ  
62 スペリドンのピーク面積A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を測定する。

63 リスペリドン(C<sub>23</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg)

$$64 = M_s \times A_r / A_s \times 1/25$$

65 M<sub>s</sub>：乾燥物に換算した定量用リスペリドンの秤取量(mg)

## 66 試験条件

67 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

68 カラム：内径3.0mm、長さ15cmのステンレス管に  
69 3.5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ  
70 ル化シリカゲルを充てんする。

71 カラム温度：25℃付近の一定温度

72 移動相：水/アセトニトリル混液(4：1)1000mLにトリ  
73 フルオロ酢酸1.5mLを加えた後、アンモニア水(28)  
74 を加えてpH3.0に調整する。

75 流量：リスペリドンの保持時間が約13分になるように  
76 調整する。

## 77 システム適合性

78 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
79 操作するとき、リスペリドンのピークの理論段数及び  
80 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上及び2.5以  
81 下である。

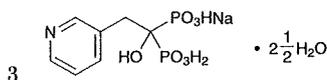
82 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
83 で試験を6回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面  
84 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

85 貯法 容器 気密容器。

1 リセドロン酸ナトリウム水和物

1 リセドロン酸ナトリウム水和物

2 Sodium Risedronate Hydrate



4 C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub> · 2½ H<sub>2</sub>O : 350.13

5 Monosodium trihydrogen 1-hydroxy-2-(pyridin-3-yl)ethane-1,1-  
6 diyldiphosphonate hemipentahydrate

7 [329003-65-8]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リセドロン  
9 酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub> : 305.09)98.0~102.0%を  
10 含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

14 本品は薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→20)に溶ける。

15 確認試験

16 (1) 本品の薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→20)溶液  
17 (1→20000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸  
18 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  
19 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  
20 ろに同様の強度の吸収を認める。

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

25 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

26 純度試験

27 (1) 重金属 本品0.50gを石英製のつぼにとり、酸化マグ  
28 ネシウム0.50gを加えて混和し、ガラス棒で時々かき混ぜな  
29 がら全体が淡灰色になるまで加熱した後、800℃で強熱し灰  
30 化する。冷後、残留物を塩酸3mLに溶かした後、水3mLを  
31 加える。この液にアンモニア試液を加えてpH8.5に調整した  
32 後、酢酸(100)を加えてpH4に調整し、更に希塩酸を加えて  
33 pH3.4に調整する。この液をろ紙でろ過し、ろ液をネスラー  
34 管にとり、ろ紙を水で洗い、ろ液を合わせた後、水を加えて  
35 50mLとし、検液とする。比較液は鉛標準液1.0mLをとり、  
36 酸化マグネシウム0.50gを加え、110℃で乾固し、残留物に  
37 ついて検液の調製と同様に操作する。検液及び比較液に硫化  
38 ナトリウム試液1滴ずつを加えて混和し、5分間放置した後、  
39 白色の背景で両液の色を比較するとき、検液の呈する色は比  
40 較液の呈する色より濃くない(20ppm以下)。

41 (2) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、水酸化ナトリウム溶  
42 液(1→5)5mLに溶かす。これを検液とし、試験を行う(2ppm  
43 以下)。

44 (3) 類縁物質1 本品50mgを0.2mol/L水酸化ナトリウム  
45 試液1.5mLに溶かし、移動相を加えて25mLとし、試料溶液  
46 とする。この液2.5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に  
47 50mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正  
48 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
49 20µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ

50 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
51 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリセドロン  
52 酸以外のピーク面積は、標準溶液のリセドロン酸のピーク  
53 面積より大きくない。

54 試験条件

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

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリセドロン酸の保  
58 持時間の約2倍の範囲

59 システム適合性

60 システムの性能：標準溶液20µLにつき、上記の条件で  
61 操作するとき、リセドロン酸のピークの理論段数及び  
62 シンメトリー係数は、それぞれ4500段以上、1.5以下  
63 である。

64 システムの再現性：標準溶液20µLにつき、上記の条件  
65 で試験を6回繰り返すとき、リセドロン酸のピーク面  
66 積の相対標準偏差は5.0%以下である。

67 (4) 類縁物質2 本品0.10gを0.2mol/L水酸化ナトリウム  
68 試液3mLに溶かし、溶解液を加えて50mLとし、試料溶液と  
69 する。この液2.5mLを正確に量り、溶解液を加えて正確に  
70 50mLとする。この液2mLを正確に量り、溶解液を加えて正  
71 確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
72 50µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ  
73 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
74 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリセドロン  
75 酸以外のピーク面積は、標準溶液のリセドロン酸のピーク  
76 面積より大きくない。

77 溶解液 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水  
78 和物0.11g及びテトラデシルトリメチルアンモニウム臭  
79 化物2.47gを水1000mLに溶かした液に0.2mol/L水酸化  
80 ナトリウム試液を加えてpH6.5に調整する。この液  
81 700mLにアセトニトリル300mLを加える。

82 試験条件

83 検出器：紫外吸光度計(測定波長：263nm)

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

87 カラム温度：25℃付近の一定温度

88 移動相：エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二  
89 水合物0.14g、テトラデシルトリメチルアンモニウム  
90 臭化物3.16g、リン酸二水素アンモニウム4.81g及びリン  
91 酸水素二アンモニウム2.93gを水1280mLに溶かし  
92 た後、アセトニトリル720mLを加える。

93 流量：リセドロン酸の保持時間が約5分になるように調  
94 整する。

95 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリセドロン酸の保  
96 持時間の約10倍の範囲

97 システム適合性

98 システムの性能：標準溶液50µLにつき、上記の条件で  
99 操作するとき、リセドロン酸のピークの理論段数及び  
100 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.4以下  
101 である。

102 システムの再現性：標準溶液50µLにつき、上記の条件  
103 で試験を6回繰り返すとき、リセドロン酸のピーク面

## 2 リセドロン酸ナトリウム水和物

- 104 積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 105 (5) 残留溶媒 別に規定する。
- 106 水分 (2.48) 11.9~13.9%(40mg, 容量滴定法, 直接滴定。
- 107 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
- 108 アミド/水分測定用メタノール混液(1:1)を用いる)。
- 109 定量法 本品約50mgを精密に量り, 0.2mol/L水酸化ナトリウ
- 110 ム試液1.5mLに溶かし, 移動相を加えて正確に25mLとする。
- 111 この液10mLを正確に量り, 内標準溶液5mLを正確に加え,
- 112 移動相を加えて25mLとし, 試料溶液とする。別にリセドロ
- 113 ン酸標準品(別途80mgにつき本品と同様の方法で水分
- 114 (2.48)を測定しておく)約50mgを精密に量り, 0.2mol/L水
- 115 酸化ナトリウム試液3mLに溶かし, 移動相を加えて正確に
- 116 25mLとする。この液10mLを正確に量り, 内標準溶液5mL
- 117 を正確に加え, 移動相を加えて25mLとし, 標準溶液とする。
- 118 試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 次の条件で液体クロマ
- 119 トグラフィー (2.01)により試験を行い, 内標準物質のピー
- 120 ク面積に対するリセドロン酸のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を
- 121 求める。
- 122 リセドロン酸ナトリウム( $C_7H_{10}NNaO_7P_2$ )の量(mg)
- 123  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1.078$
- 124  $M_S$ : 脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)
- 125 内標準溶液 安息香酸ナトリウムの移動相溶液(1→125)
- 126 試験条件
- 127 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 263nm)
- 128 カラム: 内径4mm, 長さ25cmのポリエーテルエーテル
- 129 ケトン管に10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用4級ア
- 130 ルキルアミノ化スチレン-ジビニルベンゼン共重合体
- 131 を充てんする。
- 132 カラム温度: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度
- 133 移動相: エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二
- 134 水和物1.8gを水1000mLに溶かし, 0.2mol/L水酸化ナ
- 135 トリウム試液を加えてpH9.5に調整する。
- 136 流量: リセドロン酸の保持時間が約14分になるように
- 137 調整する。
- 138 システム適合性
- 139 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で
- 140 操作するとき, 内標準物質, リセドロン酸の順に溶出
- 141 し, その分離度は6以上である。
- 142 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件
- 143 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
- 144 に対するリセドロン酸のピーク面積の比の相対標準偏
- 145 差は1.0%以下である。
- 146 貯法 容器 密閉容器。

## 1 リセドロン酸ナトリウム錠

## 2 Sodium Risedronate 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 リセドロン酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub> : 305.09)を含む。

5 製法 本品は「リセドロン酸ナトリウム水和物」をとり、錠剤  
6 の製法により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いリセドロン酸ナトリ  
8 ウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)2.5mgに対応する量を取り、薄めた希  
9 水酸化ナトリウム試液(1→20)50mLを加えて振り混ぜた後、  
10 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  
11 ターでろ過する。初めのろ液2mLを除き、次のろ液につき、  
12 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
13 するとき、波長260～264nmに吸収の極大を示す。

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

16 本品1個をとり、移動相10mLを正確に加えて振り混ぜた  
17 後、10分間放置する。時々振り混ぜながら10分間超音波処  
18 理した後、遠心分離し、上澄液を孔径0.2μm以下のメンブラン  
19 フィルターでろ過する。初めのろ液1mLを除き、リセド  
20 ロン酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)約1.75mgに対応する容量  
21 のろ液V mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、  
22 移動相を加えて10mLとし、試料溶液とする。別にリセドロン  
23 酸標準品(別途80mgにつき「リセドロン酸ナトリウム水和  
24 物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約70mgを  
25 精密に量り、0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かし、  
26 移動相を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
27 り、内標準溶液2mLを正確に加え、更に移動相を加えて  
28 20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL  
29 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により  
30 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリセドロン酸  
31 のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

32 リセドロン酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の量(mg)

$$33 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V \times 1 / 4 \times 1.078$$

34 M<sub>S</sub> : 脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)

35 内標準溶液 安息香酸ナトリウムの移動相溶液(7→2000)

36 試験条件

37 「リセドロン酸ナトリウム水和物」の定量法の試験条件  
38 を準用する。

39 システム適合性

40 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
41 操作するとき、内標準物質、リセドロン酸の順に溶出  
42 し、その分離度は6以上である。

43 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
44 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
45 に対するリセドロン酸のピーク面積の比の相対標準偏  
46 差は1.0%以下である。

47 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
48 毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間の溶出率は  
49 80%以上である。

50 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
51 10mLをとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターで

52 ろ過する。初めのろ液2mLを除き、次のろ液V mLを正確に  
53 量り、表示量に従い1mL中にリセドロン酸ナトリウム  
54 (C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)約2.8μgを含む液となるように水を加えて  
55 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にリセドロン酸標  
56 準品(別途80mgにつき「リセドロン酸ナトリウム水和物」と  
57 同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約50mgを精密に  
58 量り、0.2mol/L水酸化ナトリウム試液3mLに溶かした後、  
59 水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、  
60 水を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、  
61 水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液  
62 及び標準溶液200μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
63 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
64 リセドロン酸のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

65 リセドロン酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の表示量に対する  
66 溶出率(%)

$$67 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2 \times 1.078$$

68 M<sub>S</sub> : 脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)

69 C : 錠中のリセドロン酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)の表  
70 示量(mg)

71 試験条件

72 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263nm)

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

76 カラム温度：25℃付近の一定温度

77 移動相：エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二  
78 水和物0.15g、臭化テトラデシルトリメチルアンモニ  
79 ウム3.36g、リン酸二水素アンモニウム5.11g及びリン  
80 酸水素二アンモニウム3.11gを水1360mLに溶かした  
81 後、アセトニトリル640mLを加える。

82 流量：リセドロン酸の保持時間が約12分になるように  
83 調整する。

84 システム適合性

85 システムの性能：標準溶液200μLにつき、上記の条件で  
86 操作するとき、リセドロン酸のピークの理論段数及び  
87 シンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下  
88 である。

89 システムの再現性：標準溶液200μLにつき、上記の条件  
90 で試験を6回繰り返すとき、リセドロン酸のピーク面  
91 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

92 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
93 とする。本品のリセドロン酸ナトリウム(C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>NNaO<sub>7</sub>P<sub>2</sub>)約  
94 50mgに対応する量を精密に量り、内標準溶液10mLを正確  
95 に加え、移動相190mLを加えて振り混ぜた後、10分間放置  
96 する。更に時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後、  
97 この液を遠心分離し、上澄液を孔径0.2μm以下のメンブラン  
98 フィルターでろ過する。初めのろ液2mLを除き、次のろ液  
99 を試料溶液とする。別にリセドロン酸標準品(別途80mgにつ  
100 き「リセドロン酸ナトリウム水和物」と同様の方法で水分  
101 (2.48)を測定しておく)約50mgを精密に量り、0.2mol/L水  
102 酸化ナトリウム試液3mLに溶かし、内標準溶液10mLを正確  
103 に加えた後、移動相を加えて200mLとし、標準溶液とする。

## 2 リセドロン酸ナトリウム錠

- 104 以下「リセドロン酸ナトリウム水和物」の定量法を準用する。
- 105 リセドロン酸ナトリウム( $C_7H_{10}NNaO_7P_2$ )の量(mg)
- 106  $= M_s \times Q_r / Q_s \times 1.078$
- 107  $M_s$ : 脱水物に換算したリセドロン酸標準品の秤取量(mg)
- 108 内標準溶液 安息香酸ナトリウムの移動相溶液(1→100)
- 109 貯法 容器 密閉容器。

1 リゾチーム塩酸塩

1 リゾチーム塩酸塩

2 Lysozyme Hydrochloride

3 塩化リゾチーム

4 塩酸リゾチーム



6 C<sub>610</sub>H<sub>963</sub>N<sub>193</sub>O<sub>182</sub>S<sub>10</sub> · xHCl

7 [12650-88-3, ニワトリ卵白リゾチーム]

8 本品はニワトリの卵白から得られる塩基性ポリペプチドの  
 9 塩酸塩で、ムコ多糖分解作用を有する。

10 本品を定量するとき、換算した乾燥物に対し、その1mg中  
 11 にリゾチーム0.9mg(力価)以上を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性、若しくは無晶性の粉末で  
 13 ある。

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

16 本品は吸湿性である。

17 本品3gを水200mLに溶かした液のpHは3.0~5.0である。

18 確認試験

19 (1) 本品のpH5.4の酢酸塩緩衝液溶液(1→500)5mLに、ニ  
 20 ンヒドリン試液1mLを加え、10分間加熱するとき、液は青  
 21 紫色を呈する。

22 (2) 本品のpH5.4の酢酸塩緩衝液溶液(1→10000)につき、  
 23 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定  
 24 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  
 25 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  
 26 収を認める。

27 純度試験

28 (1) 溶状 本品の水溶液(3→200)5mLに必要なならば希塩  
 29 酸を加えてpH3に調整するとき、液は澄明である。

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

33 乾燥減量(2.41) 8.0%以下(0.1g, 105°C, 2時間)。

34 強熱残分(2.44) 2.0%以下(0.5g)。

35 窒素含量 本品につき、窒素定量法(1.08)により試験を行う  
 36 とき、窒素(N: 14.01)の量は換算した乾燥物に対し、16.8~  
 37 18.6%である。

38 定量法 本品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
 39 pH6.2のリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100mLとする。  
 40 この液2mLを正確に量り、pH6.2のリン酸塩緩衝液を加えて  
 41 正確に50mLとし、試料溶液とする。別にリゾチーム標準品  
 42 (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  
 43 25mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH6.2のリン酸塩  
 44 緩衝液に溶かし、正確に100mLとする。この液1mL及び

45 2mLをそれぞれ正確に量り、pH6.2のリン酸塩緩衝液を加え  
 46 て正確に50mLとし、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。  
 47 試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)は氷冷して保存する。  
 48 あらかじめ35°Cの水浴中で約5分間加熱した塩化リゾチーム  
 49 用基質試液4mLを正確に量り、これにあらかじめ35°Cの水  
 50 浴中で約3分間加熱した試料溶液100µLを正確に加え、35°C  
 51 で正確に10分間放置した後、1mol/L塩酸試液0.5mLを正確  
 52 に加え、直ちに振り混ぜる。この液につき、水を対照とし、  
 53 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
 54 640nmにおける吸光度A<sub>T</sub>を測定する。別に標準溶液(1)及び  
 55 標準溶液(2)のそれぞれ100µLにつき、試料溶液と同様に操  
 56 作し、吸光度A<sub>S1</sub>及びA<sub>S2</sub>を測定する。

57 乾燥物に換算した1mg中のリゾチームの量[mg(力価)]

$$58 = M_S / 2M_T \times \{(A_{S1} - A_T) / (A_{S1} - A_{S2}) + 1\}$$

59 M<sub>S</sub>: 乾燥物に換算したリゾチーム標準品の秤取量[mg(力  
 60 価)]

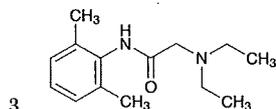
61 M<sub>T</sub>: 乾燥物に換算した本品の秤取量[mg(力価)]

62 貯法 容器 気密容器。

# 1 リドカイン

## 1 リドカイン

2 Lidocaine



4  $C_{14}H_{22}N_2O$  : 234.34

5 2-Diethylamino-N-(2,6-dimethylphenyl)acetamide

6 [137-58-6]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、リドカイン  
8 ( $C_{14}H_{22}N_2O$ )99.0%以上を含む。

9 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 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、  
11 酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとん  
12 ど溶けない。

13 本品は、希塩酸に溶ける。

### 14 確認試験

15 (1) 本品0.04gをとり、1mol/L塩酸試液10mLを加えて溶  
16 かし、水を加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度  
17 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ  
18 クトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペ  
19 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。

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

24 融点(2.60) 66～69°C

### 25 純度試験

26 (1) 溶状 本品1.0gを希塩酸2mLに溶かし、水を加えて  
27 10mLとするとき、液は無色～淡黄色澄明である。

28 (2) 塩化物(1.03) 本品0.6gに希硝酸6mL及び水を加え  
29 て溶かし50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
30 液には0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.041%以下)。

31 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gに希塩酸5mL及び水を加え  
32 て溶かし50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
33 液は0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸5mL及び水を加えて  
34 50mLとする(0.096%以下)。

35 (4) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、弱く加熱して炭化  
36 する。冷後、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶  
37 液(1→10)10mLを加え、エタノールに点火して燃焼させる。  
38 冷後、硫酸1mLを加え、以下第4法により操作し、試験を行  
39 う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

40 (5) 類縁物質 本品0.10gをメタノール2mLに溶かし、試  
41 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
42 えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
43 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
44 料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用  
45 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  
46 する。次に酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液(5:  
47 3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
48 乾し、更に80°Cで30分間乾燥する。冷後、これに紫外線(主

49 波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット  
50 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
51 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 24時間)。  
52 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

53 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
54 (100)20mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
55 (指示薬:クリスタルバイオレット試液1滴)。ただし、滴定  
56 の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。  
57 同様の方法で空試験を行い、補正する。

58 0.1mol/L過塩素酸1mL=23.43mg  $C_{14}H_{22}N_2O$

59 貯法 容器 気密容器。

1 リドカイン注射液

1 リドカイン注射液

2 Lidocaine Injection

3 塩酸リドカイン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する

6 塩酸リドカイン(C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・HCl：270.80)を含む。

7 製法 本品は「リドカイン」をとり、対応量の「塩酸」を加え、

8 注射剤の製法により製する。

9 本品は静脈注射剤として製するとき、保存剤を加えない。

10 性状 本品は無色澄明の液である。

11 pH：5.0~7.0

12 確認試験 本品の表示量に従い塩酸リドカイン(C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・

13 HCl)0.02gに対応する容量をとり、水酸化ナトリウム試液

14 1mLを加えた後、ヘキサン20mLで抽出する。ヘキサン抽出

15 液10mLをとり、1mol/L塩酸試液20mLを加えて激しく振り

16 混ぜた後、水層につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ

17 り吸収スペクトルを測定するとき、波長261~265nmに吸収

18 の極大を示す。

19 エンドトキシン(4.01) 1.0EU/mg未満。

20 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

22 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

23 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

24 適合する。

25 定量法 本品の塩酸リドカイン(C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・HCl)約0.1gに対

26 応する容量を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、

27 0.001mol/L塩酸試液を加えて50mLとし、試料溶液とする。

28 別に定量用リドカインをデシケーター(減圧、シリカゲル)で

29 24時間乾燥し、その約85mgを精密に量り、1mol/L塩酸試液

30 0.5mL及び0.001mol/L塩酸試液を加えて溶かし、内標準溶

31 液10mLを正確に加えた後、更に0.001mol/L塩酸試液を加え

32 て50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5μL

33 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により

34 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリドカインの

35 ピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

36 塩酸リドカイン(C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O・HCl)の量(mg)

$$37 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1.156$$

38  $M_S$ ：定量用リドカインの秤取量(mg)

39 内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→4000)

40 試験条件

41 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

42 カラム：内径4mm、長さ15cmのステンレス管に10μm

43 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

44 リカゲルを充てんする。

45 カラム温度：25℃付近の一定温度

46 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム2.88gをpH3.0の

47 0.02mol/Lリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液

48 (11：9)1000mLに溶かす。

49 流量：リドカインの保持時間が約6分になるように調整

50 する。

51 システム適合性

52 システムの性能：標準溶液5μLにつき、上記の条件で操

53 作するとき、リドカイン、内標準物質の順に溶出し、

54 その分離度は6以上である。

55 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で

56 試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に

57 対するリドカインのピーク面積の比の相対標準偏差は

58 1.0%以下である。

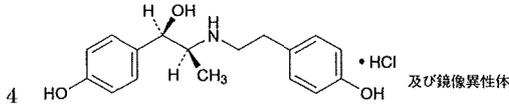
59 貯法 容器 密封容器。

1 リトドリン塩酸塩

1 リトドリン塩酸塩

2 Ritodrine Hydrochloride

3 塩酸リトドリン



5 C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> · HCl : 323.81

6 (1*R*S,2*S*R)-1-(4-Hydroxyphenyl)-2-

7 {[2-(4-hydroxyphenyl)ethyl]amino}propan-1-ol

8 monohydrochloride

9 [23239-51-2]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、リトドリン塩酸塩  
11 (C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> · HCl)98.0~102.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

14 本品は0.01mol/L塩酸試液に溶ける。

15 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

16 本品は光により徐々に淡黄色となる。

17 融点：約196℃(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき、紫  
20 外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、  
21 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩  
22 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  
23 較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の  
24 強度の吸収を認める。

25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩  
26 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
27 品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品のスペク  
28 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  
29 に同様の強度の吸収を認める。

30 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2) (1.09) を  
31 呈する。

32 pH (2.54) 本品1.0gを水50mLに溶かした液のpHは4.5~  
33 5.5である。

34 純度試験

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

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

40 (3) 類縁物質 本品20mgを移動相20mLに溶かし、試料  
41 溶液とする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正  
42 確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
43 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  
44 (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク  
45 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリトド  
46 リンのピークに対する相対保持時間約1.2のトレオ体のピーク  
47 面積は、標準溶液のリトドリンのピーク面積の4/5より大  
48 きくなく、試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体

49 以外のピークの面積は、標準溶液のリトドリンのピーク面積  
50 の3/10より大きくない。また、試料溶液のリトドリン及び  
51 リトドリンのトレオ体以外のピークの合計面積は、標準溶液  
52 のリトドリンのピーク面積の4倍より大きくない。

53 試験条件

54 カラム、カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準  
55 用する。

56 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

57 流量：リトドリンの保持時間が約10分になるように調  
58 整する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリトドリンの保持  
60 時間の約3倍の範囲

61 システム適合性

62 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、移動相を加  
63 えて正確に50mLとする。この液10μLから得たリト  
64 ドリンのピーク面積が、標準溶液のリトドリンのピー  
65 ク面積の7~13%になることを確認する。

66 システムの性能：本品20mgに移動相50mL及び硫酸  
67 5.6mLを加え、更に移動相を加えて100mLとする。

68 この液の一部を約85℃で約2時間加熱し、放冷する。

69 この液10mLを正確に量り、2mol/L水酸化ナトリウム  
70 試液10mLを正確に加える。この液10μLにつき、上  
71 記の条件で操作するとき、リトドリン、リトドリンの  
72 トレオ体の順に溶出し、その分離度は3以上である。

73 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
74 で試験を6回繰り返すとき、リトドリンのピーク面積  
75 の相対標準偏差は2.0%以下である。

76 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 105℃, 2時間)。

77 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。

78 定量法 本品及びリトドリン塩酸塩標準品を乾燥し、その約  
79 30mgずつを精密に量り、メタノールに溶かし、それぞれを  
80 正確に50mLとする。これらの液25mLを正確に量り、内標  
81 準溶液5mLずつを正確に加え、更に水を加えて50mLとし、  
82 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
83 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により  
84 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリトドリンの  
85 ピーク面積の比Q<sub>r</sub>及びQ<sub>s</sub>を求める。

86 リトドリン塩酸塩(C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>3</sub> · HCl)の量(mg)  
87 = M<sub>s</sub> × Q<sub>r</sub> / Q<sub>s</sub>

88 M<sub>s</sub>：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

89 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  
90 (3→5000)

91 試験条件

92 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

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

96 カラム温度：25℃付近の一定温度

97 移動相：リン酸水素二アンモニウム 6.6g及び1-ヘプ  
98 タンスルホン酸ナトリウム1.1gを水700mLに溶かし  
99 た後、メタノール300mLを加える。この液にリン酸  
100 を加え、pH3.0に調整する。

## 2 リトドリン塩酸塩

- 101 流量：リトドリンの保持時間が約6分になるように調整  
102 する。
- 103 システム適合性
- 104 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
105 操作するとき、リトドリン、内標準物質の順に溶出し、  
106 その分離度は3以上である。
- 107 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
108 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
109 に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差  
110 は1.0%以下である。
- 111 貯法
- 112 保存条件 遮光して保存する。
- 113 容器 気密容器。

# 1 リトドリン塩酸塩錠

## 1 リトドリン塩酸塩錠

2 Ritodrine Hydrochloride Tablets

3 塩酸リトドリン錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
5 リトドリン塩酸塩( $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ : 323.81)を含む。

6 製法 本品は「リトドリン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により  
7 製する。

8 確認試験 定量法で得たる液10mLをとり、0.01mol/L塩酸試  
9 液を加えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法  
10 (2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長272～  
11 276nmに吸収の極大を示す。

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

14 本品1個をとり、0.01mol/L塩酸試液9mLを加え、完全に  
15 崩壊するまで振り混ぜた後、0.01mol/L塩酸試液を加えて正  
16 確に10mLとする。孔径0.45 $\mu$ mのメンブランフィルターを  
17 用いてろ過し、ろ液3mLを正確に量り、内標準溶液1mLを  
18 正確に加え、試料溶液とする。別にリトドリン塩酸塩標準品  
19 を105℃で2時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、  
20 0.01mol/L塩酸試液に溶かし、正確に50mLとする。この液  
21 3mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、標準溶  
22 液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で  
23 液体クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、内標準  
24 物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 $Q_T$   
25 及び $Q_S$ を求める。

26 リトドリン塩酸塩( $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$27 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

28  $M_S$ : リトドリン塩酸塩標準品の称取量(mg)

29 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  
30 (3→10000)

31 試験条件

32 定量法の試験条件を準用する。

33 システム適合性

34 システムの性能: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
35 操作するとき、リトドリン、内標準物質の順に溶出し、  
36 その分離度は3以上である。

37 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
38 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
39 に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差  
40 は1.0%以下である。

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

44 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
45 20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルタ  
46 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V$  mLを  
47 正確に量り、表示量に従い1mL中にリトドリン塩酸塩  
48 ( $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ )約5.6 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて  
49 正確に $V'$  mLとし、試料溶液とする。別にリトドリン塩酸  
50 塩標準品を105℃で2時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、  
51 水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量

52 り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
53 溶液及び標準溶液80 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体  
54 クロマトグラフィー (2.01)により試験を行い、それぞれの  
55 液のリトドリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

56 リトドリン塩酸塩( $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出  
57 率(%)

$$58 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

59  $M_S$ : リトドリン塩酸塩標準品の称取量(mg)

60  $C$ : 1錠中のリトドリン塩酸塩( $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量  
61 (mg)

62 試験条件

63 定量法の試験条件を準用する。

64 システム適合性

65 システムの性能: 標準溶液80 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
66 試験をするとき、リトドリンのピークの理論段数及び  
67 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下  
68 である。

69 システムの再現性: 標準溶液80 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、リトドリンのピーク面積  
71 の相対標準偏差は1.5%以下である。

72 定量法 本品20個をとり、0.01mol/L塩酸試液150mLを加えて  
73 20分間振り混ぜた後、0.01mol/L塩酸試液を加えて正確に  
74 200mLとする。ガラスろ過器(G4)でろ過し、初めのろ液  
75 20mLを除き、次のろ液30mLを正確に量り、内標準溶液  
76 5mLを正確に加え、更に0.01mol/L塩酸試液を加えて50mL  
77 とし、試料溶液とする。別にリトドリン塩酸塩標準品を  
78 105℃で2時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、  
79 0.01mol/L塩酸試液に溶かし正確に50mLとする。この液  
80 30mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、  
81 0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLとし、標準溶液とする。  
82 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマ  
83 トグラフィー (2.01)により試験を行い、内標準物質のピー  
84 ク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求  
85 める。

86 リトドリン塩酸塩( $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$ )の量(mg)

$$87 = M_S \times Q_T / Q_S \times 4$$

88  $M_S$ : リトドリン塩酸塩標準品の称取量(mg)

89 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  
90 (3→5000)

91 試験条件

92 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 274nm)

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

96 カラム温度: 25℃付近の一定温度

97 移動相: リン酸水素二アンモニウム6.6g及び1-ヘプタ  
98 ンスルホン酸ナトリウム1.1gを水700mLに溶かした  
99 後、メタノール300mLを加える。この液にリン酸を  
100 加え、pH3.0に調整する。

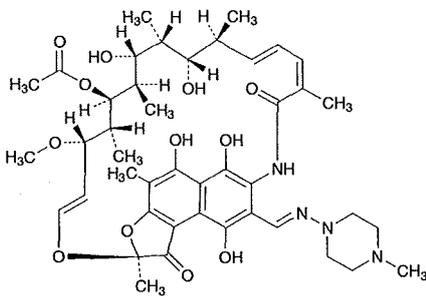
101 流量: リトドリンの保持時間が約6分になるように調整  
102 する。

## 2 リトドリン塩酸塩錠

- 103 システム適合性
- 104 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 105 操作するとき、リトドリン、内標準物質の順に溶出し、
- 106 その分離度は3以上である。
- 107 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 108 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 109 に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差
- 110 は1.0%以下である。
- 111 貯法
- 112 保存条件 遮光して保存する。
- 113 容器 気密容器。

## 1 リファンピシン

## 2 Rifampicin



3

4  $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$  : 822.945 (2*S*,12*Z*,14*E*,16*S*,17*S*,18*R*,19*R*,20*R*,21*S*,22*R*,23*S*,24*E*)-

6 5,6,9,17,19-Pentahydroxy-23-methoxy-

7 2,4,12,16,18,20,22-heptamethyl-8-(4-methylpiperazin-1-

8 yliminomethyl)-1,11-dioxo-1,2-dihydro-2,7-

9 (epoxypentadeca[1,11,13]trienimino)naphtho[2,1-*b*]furan-

10 21-yl acetate

11 [13292-46-1]

12 本品は、*Streptomyces mediterranei*の培養によって得ら  
13 れる抗細菌活性を有する化合物の誘導体である。

14 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり970～  
15 1020 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、リファンピ  
16 シン( $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ )としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品はだいたい赤色～赤褐色の結晶又は結晶性の粉末で  
18 ある。

19 本品は水、アセトニトリル、メタノール又はエタノール  
20 (95)に溶けにくい。

## 21 確認試験

22 (1) 本品のメタノール溶液(1→5000)5mLにpH7.0の  
23 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100mLとする。この液に  
24 つき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル  
25 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リ  
26 ファンピシン標準品について同様に操作して得られたスペク  
27 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところ  
28 に同様の強度の吸収を認める。

29 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
30 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
31 品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品のスペクトル  
32 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  
33 様の強度の吸収を認める。

## 34 純度試験

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

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

40 (3) 類縁物質 本操作は、試料溶液及び標準溶液を調製後、  
41 速やかに行う。本品0.10gをアセトニトリル50mLに溶かし、  
42 原液とする。この液5mLを正確に量り、クエン酸・リン酸  
43 塩・アセトニトリル試液を加えて正確に50mLとし、試料溶

44 液とする。別に、原液1mLを正確に量り、アセトニトリル  
45 を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、  
46 クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に  
47 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ L  
48 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
49 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面  
50 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリファンピ  
51 シンに対する相対保持時間約0.7のピーク面積は、標準溶液  
52 のリファンピシンのピーク面積の1.5倍より大きくない。ま  
53 た、試料溶液のリファンピシン及び上記のピーク以外の各々  
54 のピーク面積は、標準溶液のリファンピシンのピーク面積よ  
55 り大きくなく、かつそれらのピークの合計面積は、標準溶液  
56 のリファンピシンのピーク面積の3.5倍より大きくない。

## 57 試験条件

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

60 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリファンピシンの  
61 保持時間の約3倍の範囲

## 62 システム適合性

63 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

64 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、クエン酸・  
65 リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に20mL  
66 とする。この液50 $\mu$ Lから得られたリファンピシンの  
67 ピーク面積が、標準溶液のリファンピシンのピーク面  
68 積の7～13%になることを確認する。

69 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
70 で試験を6回繰り返すとき、リファンピシンのピーク  
71 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

72 乾燥減量(2.41) 2.0%以下(1g、減圧・0.67kPa以下、60 $^{\circ}$ C、  
73 3時間)。

74 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

75 定量法 本品及びリファンピシン標準品約40mg(力価)に対  
76 する量を精密に量り、それぞれをアセトニトリルに溶かし、  
77 正確に200mLとする。この液10mLずつを正確に量り、ク  
78 エン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に  
79 100mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
80 標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
81 グラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のリフ  
82 ァンピシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

83 リファンピシン( $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ )の量[ $\mu$ g(力価)]

$$84 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

85  $M_S$ ：リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

## 86 試験条件

87 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254nm)

88 カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
89 の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカ  
90 ゲルを充てんする。

91 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

92 移動相：クエン酸一水和物4.2g及び過塩素酸ナトリウム  
93 1.4gを水/アセトニトリル/pH3.1のリン酸塩緩衝液  
94 混液(11：7：2)1000mLに溶かす。

95 流量：リファンピシンの保持時間が約8分になるように

## 2 リファンピシン

- 96 調整する。
- 97 システム適合性
- 98 システムの性能：本品のアセトニトリル溶液(1→
- 99 5000)5mLにパラオキシ安息香酸ブチルのアセトニト
- 100 リル溶液(1→5000)1mLを加えた後，クエン酸・リン
- 101 酸塩・アセトニトリル試液を加えて50mLとする。こ
- 102 の液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，パラ
- 103 オキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，
- 104 その分離度は1.5以上である。
- 105 システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件
- 106 で試験を5回繰り返すとき，リファンピシンのピーク
- 107 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 108 貯法 容器 気密容器。

## 1 リファンピシカプセル

## 2 Rifampicin Capsules

3 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～105.0%に  
4 対応するリファンピシン(C<sub>43</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>: 822.94)を含む。

5 製法 本品は「リファンピシン」をとり、カプセル剤の製法に  
6 より製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、よく混和し、必要ならば  
8 粉末とする。本品の表示量に従い「リファンピシン」  
9 20mg(力価)に対応する量をメタノール100mLに溶かし、ろ  
10 過する。ろ液5mLにpH7.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液を加  
11 えて100mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
12 により吸収スペクトルを測定するとき、波長234～238nm、  
13 252～256nm、331～335nm及び472～476nmに吸収の極大  
14 を示す。

15 純度試験 類縁物質 本操作は、試料溶液及び標準溶液を調製  
16 後速やかに行う。本品20個以上をとり、内容物を取り出し、  
17 その質量を精密に量り、粉末とする。本品の表示量に従い  
18 「リファンピシン」約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
19 り、アセトニトリルに溶かし、正確に10mLとする。この液  
20 2mLを正確に量り、アセトニトリル/メタノール混液(1:1)  
21 を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にリファン  
22 ピシン標準品約20mg(力価)を精密に量り、アセトニトリル  
23 に溶かし、正確に10mLとする。この液2mLを正確に量り、  
24 アセトニトリル/メタノール混液(1:1)を加えて正確に  
25 20mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトニトリル/  
26 メタノール混液(1:1)を加えて正確に50mLとし、標準溶液  
27 とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次  
28 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
29 それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す  
30 るとき、試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約  
31 0.5のキノン体及び約1.2のN-オキシド体の量は、それぞれ  
32 4.0%以下及び1.5%以下である。また、上記のピーク以外の  
33 各々の類縁物質の量は1.0%以下であり、それらの類縁物質  
34 の総量は2.0%以下である。ただし、キノン体及びN-オキ  
35 シド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  
36 係数1.24及び1.16を乗じた値とする。

37 キノン体の量(mg) =  $M_S / M_T \times A_{Tn} / A_S \times 2.48$

38 N-オキシドの量(mg) =  $M_S / M_T \times A_{Tb} / A_S \times 2.32$

39 その他の個々の類縁物質の量(mg)

40 =  $M_S / M_T \times A_{Ti} / A_S \times 2$

41  $M_S$ : リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

42  $M_T$ : 本品の秤取量[mg(力価)]

43  $A_S$ : 標準溶液のピーク面積

44  $A_{Tn}$ : キノン体のピーク面積

45  $A_{Tb}$ : N-オキシドのピーク面積

46  $A_{Ti}$ : その他の個々の類縁物質のピーク面積

47 試験条件

48 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

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

52 カラム温度: 25°C付近の一定温度

53 移動相: 過塩素酸ナトリウム2.1g、クエン酸一水和物  
54 6.5g及びリン酸二水素カリウム2.3gを水1100mLに溶  
55 かし、アセトニトリル900mLを加える。

56 流量: リファンピシンの保持時間が約12分になるよう  
57 に調整する。

58 面積測定範囲: リファンピシンの保持時間の約2.5倍の  
59 範囲

60 システム適合性

61 検出の確認: 標準溶液1mLを正確に量り、アセトニト  
62 リル/メタノール混液(1:1)を加えて正確に20mLと  
63 する。この液20μLから得たリファンピシンのピーク  
64 面積が標準溶液のリファンピシンのピーク面積の3.5  
65 ～6.5%になることを確認する。

66 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
67 操作するとき、リファンピシンのピークの理論段数及  
68 びシンメトリー係数は、それぞれ2500段以上、4.0以  
69 下である。

70 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
71 で試験を6回繰り返すとき、リファンピシンのピーク  
72 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

74 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、シンカーを使用し  
75 て、パドル法により、毎分75回転で試験を行うとき、本品  
76 の45分間の溶出率は80%以上である。

77 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
78 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ  
79 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
80 正確に量り、表示量に従い1mL中にリファンピシン  
81 (C<sub>43</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>)約17μg(力価)を含む液となるように水を加え  
82 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にリファンピシ  
83 ン標準品約17mg(力価)を精密に量り、メタノール5mLに溶  
84 かし、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確  
85 に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試  
86 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  
87 測定法(2.24)により試験を行い、波長334nmにおける吸光  
88 度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

89 リファンピシン(C<sub>43</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

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

91  $M_S$ : リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

92  $C$ : 1カプセル中のリファンピシン(C<sub>43</sub>H<sub>58</sub>N<sub>4</sub>O<sub>12</sub>)の表示量  
93 [mg(力価)]

94 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
95 を精密に量り、粉末とする。本品の表示量に従い「リファン  
96 ピシン」約75mg(力価)に対応する量を精密に量り、アセト  
97 ニトリル/メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に50mLと  
98 する。この液10mLを正確に量り、アセトニトリルを加えて  
99 正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、クエン酸一  
100 水和物2.1g、リン酸水素二ナトリウム十二水和物27.6g及び  
101 リン酸二水素カリウム3.1gを水/アセトニトリル混液(3:  
102 1)1000mLに溶かした液を加えて正確に50mLとし、試料溶  
103 液とする。別にリファンピシン標準品約30mg(力価)を精密

## 2 リファンピシнкаプセル

104 に量り、アセトニトリル/メタノール混液(1:1)20mLに溶  
105 かし、アセトニトリルを加えて正確に100mLとする。この  
106 液5mLを正確に量り、クエン酸一水和物2.1g、リン酸水素  
107 二ナトリウム十二水和物27.6g及びリン酸二水素カリウム  
108 3.1gを水/アセトニトリル混液(3:1)1000mLに溶かした液  
109 を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
110 標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
111 グラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のリフ  
112 アンピシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

113 リファンピシン( $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ )の量[mg(力価)]

$$114 = M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$$

115  $M_S$ : リファンピシン標準品の秤取量[mg(力価)]

116 試験条件

117 「リファンピシン」の定量法の試験条件を準用する。

118 システム適合性

119 システムの性能: リファンピシン標準品30mg(力価)を  
120 アセトニトリル/メタノール混液(1:1)20mLに溶か  
121 し、アセトニトリルを加えて100mLとする。この液  
122 5mLをとり、パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニ  
123 トリル/メタノール混液(1:1)溶液(1 $\rightarrow$ 5000)2mLを  
124 加えた後、クエン酸一水和物2.1g、リン酸水素二ナト  
125 リウム十二水和物27.6g及びリン酸二水素カリウム  
126 3.1gを水/アセトニトリル混液(3:1)1000mLに溶か  
127 した液を加えて50mLとする。この液50 $\mu$ Lにつき、  
128 上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸ブチ  
129 ル、リファンピシンの順に溶出し、その分離度は1.5  
130 以上である。

131 システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
132 で試験を5回繰り返すとき、リファンピシンのピーク  
133 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

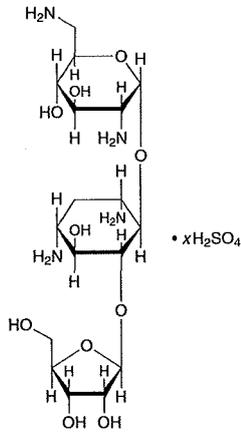
134 貯法 容器 気密容器。

1 リボスタマイシン硫酸塩

1 リボスタマイシン硫酸塩

2 Ribostamycin Sulfate

3 硫酸リボスタマイシン



4

5  $C_{17}H_{34}N_4O_{10} \cdot xH_2SO_4$

6 2,6-Diamino-2,6-dideoxy- $\alpha$ -D-glucopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-

7 [ $\beta$ -D-ribofuranosyl-(1 $\rightarrow$ 5)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

8 [53797-35-6]

9 本品は、*Streptomyces ribosidificus*の培養によって得ら  
10 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  
11 である。

12 本品は定量するとき、換算した乾燥物1mg当たり680～  
13 780 $\mu$ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、リボスタマイ  
14 シン( $C_{17}H_{34}N_4O_{10}$ : 454.47)としての量を質量(力価)で示す。

15 性状 本品は白色～黄白色の粉末である。

16 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にほとんど  
17 溶けない。

18 確認試験

19 (1) 本品20mgをpH6.0のリン酸塩緩衝液2mLに溶かし、  
20 ニンヒドリン試液1mLを加えて煮沸するとき、液は青紫色  
21 を呈する。

22 (2) 本品及びリボスタマイシン硫酸塩標準品0.12gずつを  
23 水20mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの  
24 液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行  
25 う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフ  
26 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  
27 にリン酸二水素カリウム溶液(3 $\rightarrow$ 40)を展開溶媒として約  
28 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに0.2%ニンヒド  
29 リン・水飽和1-ブタノール試液を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで  
30 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  
31 準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し、それらのR<sub>f</sub>値は  
32 等しい。

33 (3) 本品の水溶液(1 $\rightarrow$ 5)2mLに塩化バリウム試液1滴を加  
34 えると、液は白濁する。

35 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : +42 $\sim$ +49 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.25g, 水,  
36 25mL, 100mm).

37 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは6.0 $\sim$   
38 8.0である。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品1.0gを水5mLに溶かすとき、液は無色澄  
41 明～微黄色澄明である。

42 (2) 重金属(1.07) 本品1.0gをとり、第1法により操作し、  
43 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
44 下)。

45 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
46 製し、試験を行う(2ppm以下)。

47 (4) 類縁物質 本品0.12gを水に溶かし、正確に20mLと  
48 し、試料溶液とする。この液5mLを正確に量り、水を加え  
49 て正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、  
50 薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶  
51 液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
52 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  
53 水素カリウム溶液(3 $\rightarrow$ 40)を展開溶媒として約10cm展開した  
54 後、薄層板を風乾する。これに0.2%ニンヒドリン・水飽和1  
55 -ブタノール試液を均等に噴霧し、100 $^{\circ}$ Cで10分間加熱する  
56 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  
57 溶液から得たスポットより濃くない。

58 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.5g, 減圧 $\cdot$ 0.67kPa以下, 60 $^{\circ}$ C,  
59 3時間)。

60 強熱残分(2.44) 1.0%以下(1g)。

61 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  
62 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

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

64 (ii) 培地 培地(1)の1)を用いる。

65 (iii) 標準溶液 リボスタマイシン硫酸塩標準品を乾燥し、  
66 その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた  
67 pH6.0のリン酸塩緩衝液(1 $\rightarrow$ 2)に溶かして正確に50mLとし、  
68 標準原液とする。標準原液は5 $\sim$ 15 $^{\circ}$ C以下に保存し、20日以  
69 内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH8.0の  
70 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に20 $\mu$ g(力価)及び  
71 5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標  
72 準溶液とする。

73 (iv) 試料溶液 本品約20mg(力価)に対応する量を精密に量  
74 り、水に溶かして正確に50mLとする。この液適量を正確に  
75 量り、pH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1mL中に  
76 20 $\mu$ g(力価)及び5 $\mu$ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶  
77 液及び低濃度試料溶液とする。

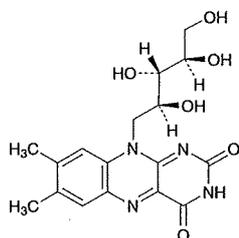
78 貯法 容器 気密容器。

1 リボフラビン

1 リボフラビン

2 Riboflavin

3 ビタミンB<sub>2</sub>



5 C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub> : 376.36

6 7,8-Dimethyl-10-[(2S,3S,4R)-2,3,4,5-  
7 tetrahydroxypentyl]benzo[g]pteridine-2,4(3H,10H)-dione  
8 [83-88-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、リボフラビン  
10 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)98.0%以上を含む。

11 性状 本品は黄色～だいたい黄色の結晶で、わずかににおいが  
12 ある。

13 本品は水に極めて溶けにくく、エタノール(95)、酢酸  
14 (100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

15 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

16 本品の飽和水溶液は中性である。

17 本品は光によって分解する。

18 融点：約290℃(分解)。

19 確認試験

20 (1) 本品の水溶液(1→100000)は淡黄緑色で強い黄緑色の  
21 蛍光を発する。この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02g  
22 を加えるとき、液の色及び蛍光は消えるが、空気中で振り混  
23 ぜるとき、徐々に再び現れる。また、液の蛍光は希塩酸又は  
24 水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える。

25 (2) 本品の水溶液(1→100000)10mLを共栓試験管にとり、  
26 水酸化ナトリウム試液1mLを加え、20～40℃で10～30ワッ  
27 トの蛍光灯を20cmの距離から30分間照射した後、酢酸  
28 (31)0.5mLを加えて酸性とし、クロロホルム5mLを加え、よ  
29 く振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する。

30 (3) 本品のpH7.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につ  
31 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
32 測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリボ  
33 フラビン標準品について同様に操作して得られたスペクトル  
34 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  
35 様の強度の吸収を認める。

36 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -128～-142° 本品を乾燥後、そ  
37 の約0.1gを精密に量り、希水酸化ナトリウム試液4mLを正  
38 確に加えて溶かし、新たに煮沸して冷却した水10mLを加え  
39 た後、よく振り混ぜながら無アルデヒドエタノール4mLを  
40 正確に加え、更に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に  
41 20mLとし、30分以内に層長100mmで測定する。

42 純度試験 ルミフラビン 本品25mgにエタノール不含クロロ  
43 ホルム10mLを加え、5分間振り混ぜてろ過する。ろ液の色  
44 は次の比較液より濃くない。

45 比較液：1/60mol/L二クロム酸カリウム液2.0mLに水を

46 加えて1000mLとする。

47 乾燥減量(2.41) 1.5%以下(0.5g, 105℃, 2時間)。

48 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

49 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
50 品を乾燥し、その約15mgを精密に量り、薄めた酢酸(100)(1  
51 →400)800mLを加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて  
52 正確に1000mLとし、試料溶液とする。別にリボフラビン標  
53 準品を105℃で2時間乾燥し、その約15mgを精密に量り、薄  
54 めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え、加温して溶かし、冷  
55 後、水を加えて正確に1000mLとし、標準溶液とする。試料  
56 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  
57 定法(2.24)により試験を行い、波長445nmにおける吸光度  
58 A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定した後、亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞ  
59 れの液5mLにつき0.02gの割合で加え、振り混ぜて脱色し、  
60 直ちにこれらの液の吸光度A<sub>T</sub>'及びA<sub>S</sub>'を測定する。

61 リボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$62 = M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S')$$

63 M<sub>S</sub> : リボフラビン標準品の秤取量(mg)

64 貯法

65 保存条件 遮光して保存する。

66 容器 気密容器。

1 リボフラビン散

1 リボフラビン散

2 Riboflavin Powder

3 ビタミンB<sub>2</sub>散

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～115.0%に対応する

5 リボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>：376.36)を含む。

6 製法 本品は「リボフラビン」をとり、顆粒剤又は散剤の製法  
7 により製する。

8 確認試験 本品の表示量に従い「リボフラビン」1mgに対応す  
9 る量を取り、水100mLを加えて振り混ぜてろ過し、ろ液に  
10 つき、「リボフラビン」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

11 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  
12 い。

13 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
14 品のリボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)約15mgに対応する量を精密  
15 に量り、薄めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え、時々振り  
16 混ぜながら30分間加温して抽出する。冷後、水を加えて正  
17 確に1000mLとし、ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、ろ液  
18 を試料溶液とする。以下「リボフラビン」の定量法を準用す  
19 る。

20 リボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$21 = M_s \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S')$$

22  $M_s$ ：リボフラビン標準品の秤取量(mg)

23 貯法

24 保存条件 遮光して保存する。

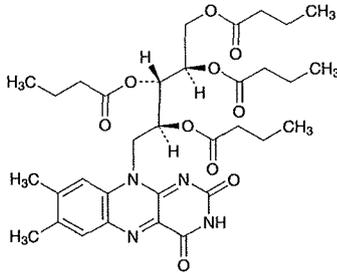
25 容器 気密容器。

## 1 リボフラビン酪酸エステル

2 Riboflavin Butyrate

3 ビタミンB<sub>2</sub>酪酸エステル

4 酪酸リボフラビン



5

6 C<sub>33</sub>H<sub>44</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub> : 656.727 (2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-Dimethyl-2,4-dioxo-3,4-8 dihydrobenzof[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)pentan-1,2,3,4-

9 tetrayl tetrabutanoate

10 [752-56-7]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、リボフラビン酪酸エ  
12 ステル(C<sub>33</sub>H<sub>44</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>)98.5%以上を含む。

13 性状 本品はだいたい黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに  
14 に特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

15 本品はメタノール、エタノール(95)又はクロロホルムに溶  
16 けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶  
17 けない。

18 本品は光によって分解する。

## 19 確認試験

20 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→10000)は淡黄緑色で、  
21 強い帯黄緑色の蛍光を発生し、この蛍光は希塩酸又は水酸化ナ  
22 トリウム試液を加えるとき消える。

23 (2) 本品0.01gをエタノール(95)5mLに溶かし、水酸化ナ  
24 トリウム溶液(3→20)/塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(3  
25 →20)混液(1:1)2mLを加え、よく振り混ぜた後、塩酸  
26 0.8mL及び塩化鉄(III)試液0.5mLを加え、更にエタノール  
27 (95)8mLを加えるとき、液は濃赤褐色を呈する。

28 (3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法  
29 (2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル  
30 と本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトル  
31 は同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

32 融点 (2.60) 146~150°C

## 33 純度試験

34 (1) 塩化物 本品2.0gをメタノール10mLに溶かし、希硝  
35 酸24mL及び水を加えて100mLとする。よく振り混ぜ10分  
36 間放置した後、ろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液  
37 を試料溶液とする。試料溶液25mLをとり、水を加えて  
38 50mLとし、硝酸銀試液1mLを加えて5分間放置するとき、  
39 液の混濁は、次の比較液より濃くない。

40 比較液：試料溶液25mLに硝酸銀試液1mLを加え、10分間  
41 放置した後、ろ過する。沈殿を水5mLで4回洗い、洗液  
42 はろ液に合わせ、0.01mol/L塩酸0.30mL及び水を加え  
43 て50mLとし、更に水1mLを追加して混和する(0.021%

44 以下)。

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

48 (3) 遊離酸 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水50mL  
49 を加え、振り混ぜてろ過する。ろ液25mLをとり、  
50 0.01mol/L水酸化ナトリウム液0.50mL及びフェノールフタ  
51 レイン試液2滴を加えるとき、液の色は赤色である。

52 (4) 類縁物質 本品0.10gをクロロホルム10mLに溶かし、  
53 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム  
54 を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、ク  
55 ロロホルムを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。こ  
56 れらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試  
57 験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマト  
58 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  
59 板にスポットする。次にクロロホルム/2-プロパノール混  
60 液(9:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風  
61 乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料  
62 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  
63 たスポットより濃くない。

64 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4時間)。

65 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

66 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
67 品を乾燥し、その約40mgを精密に量り、エタノール(95)に  
68 溶かし、正確に500mLとする。この液10mLを正確に量り、  
69 エタノール(95)を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。  
70 別にリボフラビン標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約  
71 50mgを精密に量り、薄めた酢酸(100)(2→75)150mLに加熱  
72 して溶かし、冷後、水を加えて正確に500mLとする。この  
73 液5mLを正確に量り、エタノール(95)を加えて正確に50mL  
74 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外  
75 可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長445nmに  
76 おける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

77 リボフラビン酪酸エステル(C<sub>33</sub>H<sub>44</sub>N<sub>4</sub>O<sub>10</sub>)の量(mg)

78 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub> × 1/2 × 1.745

79 M<sub>S</sub> : リボフラビン標準品の秤取量(mg)

## 80 貯法

81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 気密容器。

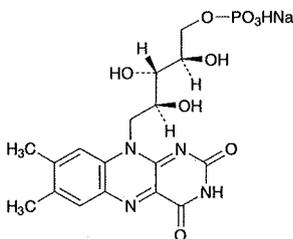
## リボフラビンリン酸エステルナトリウム

Riboflavin Sodium Phosphate

ビタミンB<sub>2</sub>リン酸エステル

リン酸リボフラビン

リン酸リボフラビンナトリウム

C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>NaO<sub>9</sub>P : 478.33Monosodium(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-

trihydroxypentyl monohydrogenphosphate

[130-40-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リボフラビンリン酸エステルナトリウム(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>NaO<sub>9</sub>P)92.0%以上を含む。

**性状** 本品は黄色～だいたい黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味はやや苦い。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)、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。

本品は光によって分解する。

本品は極めて吸湿性である。

### 確認試験

(1) 本品の水溶液(1→100000)は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する。この液5mLに亜ジチオン酸ナトリウム0.02gを加えるとき、液の色及び蛍光は消えるが、空气中で振り混ぜるとき、徐々に再び現れる。また、液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える。

(2) 本品の水溶液(1→100000)10mLを共栓試験管にとり、水酸化ナトリウム試液1mLを加え、20～40℃で10～30ワットの蛍光灯を20cmの距離から30分間照射した後、酢酸(31)0.5mLを加えて酸性とし、クロロホルム5mLを加え、よく振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する。

(3) 本品のpH7.0のリン酸緩衝液溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品0.05gに硝酸10mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、更に強熱する。残留物に薄めた硝酸(1→50)10mLを加えて5分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過するとき、液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応(1.09)を呈する。

**旋光度**(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +38～+43(脱水物に換算したもの0.3g, 5mol/L塩酸試液, 20mL, 100mm)。

**pH**(2.54) 本品0.20gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～6.5である。

### 純度試験

(1) 溶状 本品0.20gを水10mLに溶かすとき、液は黄色～だいたい黄色澄明である。

(2) ルミフラビン 本品35mgにエタノール不含クロロホルム10mLを加え、5分間振り混ぜてろ過する。ろ液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：1/60mol/L二クロム酸カリウム液3.0mLに水を加えて1000mLとする。

(3) 遊離リン酸 本品約0.4g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、それぞれを25mLのメスフラスコに入れ、七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液2.5mL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25mLとし、20±1℃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1.5%以下である。

遊離リン酸(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)の含量(%) =  $1/M \times A_T / A_S \times 258.0$

$M$ : 脱水物に換算した本品の秤取量(mg)

**水分**(2.48) 水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液(1:1)25mLを乾燥した滴定用フラスコにとり、水分測定用試液で終点まで滴定する。次に本品約0.1gを精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、10分間かき混ぜた後、試験を行うとき、水分は10.0%以下である。

**定量法** 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品約0.1gを精密に量り、薄めた酢酸(100)(1→500)に溶かし、正確に1000mLとする。この液10mLを正確に量り、薄めた酢酸(100)(1→500)を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にリボフラビン標準品を105℃で2時間乾燥し、その約15mgを精密に量り、薄めた酢酸(100)(1→400)800mLを加え、加温して溶かし、冷後、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445nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定した後、亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液5mLにつき0.02gの割合で加え、振り混ぜて脱色し、直ちにこれらの液の吸光度 $A_T'$ 及び $A_S'$ を測定する。

リボフラビンリン酸エステルナトリウム(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>NaO<sub>9</sub>P)の量(mg)

$$= M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S') \times 5 \times 1.271$$

$M_S$ : リボフラビン標準品の秤取量(mg)

### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

1 リボフラビンリン酸エステルナトリウム  
2 注射液

3 Riboflavin Sodium Phosphate Injection

4 ビタミンB<sub>2</sub>リン酸エステル注射液

5 リン酸リボフラビン注射液

6 リン酸リボフラビンナトリウム注射液

7 本品は水性の注射剤である。

8 本品は定量するとき、表示量の95.0～120.0%に対応する

9 リボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>: 376.36)を含む。

10 本品の濃度はリボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)の量で表示する。

11 製法 本品は「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」をと  
12 り、注射剤の製法により製する。

13 性状 本品は黄色～だいたい黄色澄明の液である。

14 pH: 5.0～7.0

15 確認試験

16 (1) 本品の表示量に従い「リボフラビン」1mgに対応する  
17 容量をとり、水を加えて100mLとし、この液につき、「リ  
18 ボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験(1)及び  
19 (2)を準用する。

20 (2) 本品の表示量に従い「リボフラビン」0.05gに対応す  
21 る容量をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、「リボ  
22 フラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験(4)を準用  
23 する。

24 エンドトキシン (4.01) 10EU/mg未満。

25 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

26 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

30 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
31 品のリボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)約15mgに対応する容量を正  
32 確に量り、薄めた酢酸(100)(1→500)を加えて正確に  
33 1000mLとし、試料溶液とする。以下、「リボフラビンリン  
34 酸エステルナトリウム」の定量法を準用する。

35 リボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

36  $= M_S \times (A_T - A_T') / (A_S - A_S')$

37  $M_S$ : リボフラビン標準品の秤取量(mg)

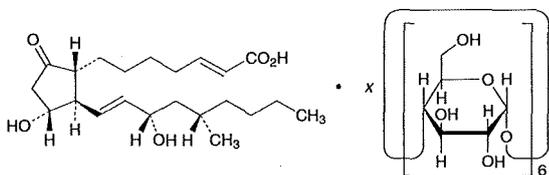
38 貯法

39 保存条件 遮光して保存する。

40 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 リマプロスト アルファデクス

2 Limaprost Alfadex  
3 リマプロストアルファデクス



4  
5  $C_{22}H_{36}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_3$   
6 (2E)-7-[(1R,2R,3R)-3-Hydroxy-2-[(1E,3S,5S)-3-  
7 hydroxy-5-methylnon-1-en-1-yl]-  
8 5-oxocyclopentyl]hept-2-enoic acid- $\alpha$ -cyclodextrin  
9 [100459-01-6 (リマプロスト：アルファデクス=1：1  
10 包接化合物)]

11 本品はリマプロストの $\alpha$ -シクロデキストリン包接化合物  
12 である。

13 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リマプロ  
14 スト( $C_{22}H_{36}O_5$ ：380.52)2.8～3.2%を含む。

15 性状 本品は白色の粉末である。

16 本品は水に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノ  
17 ール(99.5)に極めて溶けにくく、酢酸エチルにほとんど溶け  
18 ない。

19 本品は吸湿性である。

20 確認試験

21 (1) 本品20mgを水5mLに溶かし、酢酸エチル5mLを加  
22 えて振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、試料溶液(1)  
23 とする。別に本品20mgに酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜ  
24 た後、遠心分離して上澄液をとり、試料溶液(2)とする。こ  
25 れらの液につき、溶媒を減圧で留去し、残留物に硫酸2mL  
26 を加えて5分間振り混ぜるとき、試料溶液(1)から得た液はだ  
27 いたい黄色を呈するが試料溶液(2)から得た液は呈しない。

28 (2) 本品20mgを水5mLに溶かし、酢酸エチル5mLを加  
29 えて振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、溶媒を減圧で  
30 留去する。残留物をエタノール(95)2mLに溶かし、1,3-ジ  
31 ニトロベンゼン試液5mLを加え、氷冷しながら水酸化カリ  
32 ウムのエタノール(95)溶液(17→100)5mLを加えた後、氷冷  
33 して暗所に20分間放置するとき、液は紫色を呈する。

34 (3) 本品50mgにヨウ素試液1mLを加え、水浴中で加熱し  
35 て溶かし、放置するとき、暗青色の沈殿を生じる。

36 (4) 本品の希エタノール溶液(3→10000)につき、紫外可  
37 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  
38 き、200～400nmに吸収の極大を認めない。また、この液  
39 10mLに水酸化カリウム・エタノール試液1mLを加えて15分  
40 間放置した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
41 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  
42 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ど  
43 ころに同様の強度の吸収を認める。

44 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ ：+125～+135°(脱水物に換算したも  
45 の0.1g、希エタノール、20mL、100mm)。

46 純度試験 類縁物質 試料溶液は調製後、速やかに試験を行う。

47 本品0.10gを水2mLに溶かし、エタノール(95)1mLを加え、  
48 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、希エタノール  
49 を加えて正確に100mLとし、標準溶液(1)とする。標準溶液  
50 (1)3mLを正確に量り、希エタノールを加えて正確に10mL  
51 とし、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準  
52 溶液(2)3 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ  
53 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の  
54 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリ  
55 マプロストに対する相対保持時間約1.1の17-エピ体及び相  
56 対保持時間約2.1の11-デオキシ体のピーク面積は、標準溶  
57 液(2)のリマプロストのピーク面積より大きくなく、主ピー  
58 ク及びこれら以外の個々のピーク面積は標準溶液(2)のリマ  
59 プロストのピーク面積の1/3より大きくない。また、試料  
60 溶液のリマプロスト以外のピークの合計面積は、標準溶液  
61 (1)のリマプロストのピーク面積より大きくない。

62 試験条件

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

65 面積測定範囲：溶媒のピークの後からリマプロストの保  
66 持時間の約3倍の範囲

67 システム適合性

68 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

69 検出の確認：標準溶液(1)1mLを正確に量り、希エタノ  
70 ールを加えて正確に10mLとする。この液3 $\mu$ Lから得  
71 たリマプロストのピーク面積が、標準溶液(1)から得  
72 たリマプロストのピーク面積の8～12%になることを  
73 確認する。

74 システムの再現性：標準溶液(1)3 $\mu$ Lにつき、上記の条  
75 件で試験を6回繰り返すとき、リマプロストのピーク  
76 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 水分(2.48) 6.0%以下(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

78 定量法 本品約0.1gを精密に量り、水5mLに溶かし、内標準  
79 溶液5mLを正確に加え、試料溶液とする。別にリマプロス  
80 ト標準品約3mgを精密に量り、水5mLに溶かし、内標準溶  
81 液5mLを正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準  
82 溶液3 $\mu$ Lにつき、次の試験条件で液体クロマトグラフィー  
83 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
84 るリマプロストのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

85 リマプロスト( $C_{22}H_{36}O_5$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$

86  $M_S$ ：リマプロスト標準品の秤取量(mg)

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

89 試験条件

90 検出器：紫外吸光度計(測定波長：215nm)

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

94 カラム温度：25℃付近の一定温度

95 移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液/液体ク  
96 ロマトグラフィー用アセトニトリル/液体クロマトグ  
97 ラフィー用2-プロパノール混液(9：5：2)

98 流量：リマプロストの保持時間が約12分になるように

## 2 リマプロスト アルファデクス

- 99           調整する.
- 100          システム適合性
- 101           システムの性能：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操
- 102           作するとき、内標準物質、リマプロストの順に溶出し、
- 103           その分離度は7以上である.
- 104           システムの再現性：標準溶液3 $\mu$ Lにつき、上記の条件で
- 105           試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に
- 106           対するリマプロストのピーク面積の比の相対標準偏差
- 107           は1.0%以下である.
- 108   貯法
- 109    保存条件 遮光して、 $-10^{\circ}\text{C}$ 以下で保存する.
- 110    容器   気密容器.

1 硫酸亜鉛水和物

1 硫酸亜鉛水和物

2 Zinc Sulfate Hydrate

3 硫酸亜鉛

4  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : 287.55

5 本品は定量するとき、硫酸亜鉛水和物 ( $\text{ZnSO}_4 \cdot$

6  $7\text{H}_2\text{O}$ )99.0~102.0%を含む。

7 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

8 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に極めて  
9 溶けにくい。

10 本品は乾燥空气中で風解する。

11 確認試験

12 (1) 本品の水溶液(1→20)は亜鉛塩の定性反応 (1.09) を呈  
13 する。

14 (2) 本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応 (1.09) を呈  
15 する。

16 pH (2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.4~  
17 6.0である。

18 純度試験

19 (1) 溶状 本品0.25gを水5mLに溶かすとき、液は無色透  
20 明である。

21 (2) 重金属 本品1.0gをネスラー管にとり、水10mLに溶  
22 かし、シアン化カリウム試液20mLを加え、よく振り混ぜ、  
23 硫化ナトリウム試液2滴を加え、5分後に白紙を背景として  
24 上方から観察するとき、次の比較液より濃くない。

25 比較液：鉛標準液1.0mLに水10mL及びシアン化カリウム  
26 試液20mLを加えてよく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液  
27 2滴を加える(10ppm以下)。

28 (3) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品2.0gを水  
29 150mLに溶かし、硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完  
30 結させ、水を加えて正確に200mLとしてよく振り混ぜ、乾  
31 燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液20mLを除き、次のろ  
32 液100mLを正確に量り、蒸発乾固し、強熱残分試験法  
33 (2.44) を準用して強熱するとき、残留物は5.0mg以下であ  
34 る。

35 (4) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとる、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 乾燥減量 (2.41) 35.5~38.5%(1g, 105°C, 3時間)。

38 定量法 本品約0.3gを精密に量り、水に溶かし正確に100mL  
39 とする。この液25mLを正確に量り、水100mL及びpH10.7  
40 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え、  
41 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  
42 滴定 (2.50) する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナ  
43 トリウム指示薬0.04g)。

44 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

45 1mL

46 =2.876mg  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

47 貯法 容器 気密容器。

1 硫酸亜鉛点眼液

1 硫酸亜鉛点眼液

2 Zinc Sulfate Ophthalmic Solution

3 本品は定量するとき、硫酸亜鉛水和物( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  :  
4  $287.55$ ) $0.27 \sim 0.33w/v\%$ を含む。

5 製法

硫酸亜鉛水和物	3g
ホウ酸	20g
塩化ナトリウム	5g
ウイキョウ油	2mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

6 以上をとり、点眼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 確認試験

9 (1) 本品は亜鉛塩の定性反応 (1.09) を呈する。

10 (2) 本品はホウ酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

11 (3) 本品は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

12 定量法 本品25mLを正確に量り、水100mL及びpH10.7のア

13 ンモニア・塩化アンモニウム緩衝液2mLを加え、0.01mol/L

14 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定

15 (2.50) する(指示薬: エリオクロムブラックT・塩化ナトリ

16 ウム指示薬0.04g)。

17 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

18 1mL

19 =2.876mg  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

20 貯法 容器 気密容器。

1 乾燥硫酸アルミニウムカリウム

1 乾燥硫酸アルミニウムカリウム

2 Dried Aluminum Potassium Sulfate

3 焼ミョウバン

4  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$ : 258.21

5 本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸アルミニウムカ  
6 リウム $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2]$ 98.0%以上を含む。

7 性状 本品は白色の塊又は粉末で、においはなく、味はやや甘  
8 く、収れん性がある。

9 本品は熱湯に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶け  
10 ない。

11 本品は水に徐々に溶ける。

12 確認試験 本品の水溶液(1→20)はアルミニウム塩の定性反応  
13 (1.09)、カリウム塩の定性反応(1.09)の(1)、(3)及び(4)並  
14 びに硫酸塩の定性反応(1.09)の(1)及び(3)を呈する。

15 純度試験

16 (1) 水不溶物 本品2.0gに水40mLを加え、しばしば振り  
17 混ぜた後、48時間放置し、不溶物をガラスろ過器(G4)を用  
18 いてろ取し、水50mLで洗い、105°Cで2時間乾燥するとき、  
19 その量は50mg以下である。

20 (2) 重金属(1.07) 本品0.5gを水45mLに溶かし、必要な  
21 らばろ過し、これに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。  
22 これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希  
23 酢酸2mL及び水を加えて50mLとする(40ppm以下)。

24 (3) 鉄(1.10) 本品0.54gをとり、第1法により検液を調  
25 製し、A法により試験を行う。比較液には鉄標準液2.0mLを  
26 加える(37ppm以下)。

27 (4) ヒ素(1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を  
28 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

29 乾燥減量(2.41) 15.0%以下(2g, 200°C, 4時間)。

30 定量法 本品を乾燥し、その約1.2gを精密に量り、水80mLを  
31 加え、水浴上で時々振り混ぜながら20分間加熱し、冷後、  
32 水を加えて正確に100mLとする。必要ならばろ過し、初め  
33 のろ液30mLを除き、次のろ液20mLを正確に量り、  
34 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
35 30mLを正確に加え、pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝  
36 液20mLを加えた後、5分間煮沸し、冷後、エタノール  
37 (95)55mLを加え、0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する  
38 (指示薬:ジチゾン試液2mL)。ただし、滴定の終点は液の淡  
39 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  
40 行う。

41 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

42 1mL

43 =12.91mg  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$

44 貯法 容器 気密容器。

1 硫酸アルミニウムカリウム水和物

1 硫酸アルミニウムカリウム水和物

2 Aluminum Potassium Sulfate Hydrate

3 ミョウバン

4 硫酸アルミニウムカリウム

5  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  : 474.39

6 本品は定量するとき、硫酸アルミニウムカリウム水和物  
7  $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 99.5%以上を含む。

8 性状 本品は無色～白色の結晶又は粉末で、においはなく、味  
9 はやや甘く、強い収れん性がある。

10 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
11 テルにほとんど溶けない。

12 本品の水溶液(1→20)は酸性である。

13 確認試験 本品の水溶液(1→10)はアルミニウム塩の定性反応  
14 (1.09)、カリウム塩の定性反応(1.09)の(1)、(3)及び(4)並  
15 びに硫酸塩の定性反応(1.09)の(1)及び(3)を呈する。

16 純度試験

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

20 (2) 鉄(1.10) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調製  
21 し、A法により試験を行う。比較液には鉄標準液2.0mLを加  
22 える(20ppm以下)。

23 (3) ヒ素(1.11) 本品0.6gをとり、第1法により検液を調  
24 製し、試験を行う(3.3ppm以下)。

25 定量法 本品約4.5gを精密に量り、水に溶かし正確に200mL  
26 とする。この液20mLを正確に量り、0.05mol/Lエチレンジ  
27 アミン四酢酸二水素二ナトリウム液30mLを正確に加え、  
28 pH4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20mLを加えた後、  
29 5分間煮沸し、冷後、エタノール(95)55mLを加え、  
30 0.05mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬：ジチゾン  
31 試液2mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に  
32 変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

33 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
34 1mL

35 =23.72mg  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

36 貯法 容器 気密容器。

1 硫酸カリウム

1 硫酸カリウム

2 Potassium Sulfate

3  $K_2SO_4$  : 174.26

4 本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸カリウム  
5 ( $K_2SO_4$ )99.0%以上を含む。

6 性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに  
7 塩味及び苦味がある。

8 本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶  
9 けない。

10 確認試験 本品の水溶液(1→20)はカリウム塩及び硫酸塩の定  
11 性反応 (1.09) を呈する。

12 純度試験

13 (1) 溶状及び液性 本品1.0gを水20mLに溶かすとき、液  
14 は無色澄明で、中性である。

15 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gをとり、試験を行う。比較  
16 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.028%以下)。

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

20 (4) ナトリウム 本品1.0gを水20mLに溶かし、炎色反応  
21 試験(1) (1.04) を行うとき、持続する黄色を呈しない。

22 (5) ヒ素 (1.11) 本品0.40gをとり、第1法により検液を  
23 調製し、試験を行う(5ppm以下)。

24 乾燥減量 (2.41) 1.0%以下(1g, 110°C, 4時間)。

25 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、水200mL  
26 及び塩酸1.0mLを加えて煮沸し、熱塩化バリウム試液8mL  
27 を徐々に加える。この混液を水浴上で1時間加熱した後、沈  
28 殿をろ取し、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるま  
29 で水で洗い、乾燥し、徐々に温度を上げ500~600°Cで恒量  
30 になるまで強熱し、質量を量り、硫酸バリウム( $BaSO_4$  :  
31 233.39)の量とする。

32 硫酸カリウム( $K_2SO_4$ )の量(mg)

33 =硫酸バリウム( $BaSO_4$ )の量(mg)×0.747

34 貯法 容器 密閉容器。

## 1 硫酸鉄水和物

### 1 硫酸鉄水和物

2 Ferrous Sulfate Hydrate

3 硫酸鉄

4  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : 278.01

5 本品は定量するとき、硫酸鉄水和物( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )98.0  
6 ~104.0%を含む。

7 性状 本品は淡緑色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
8 味は収れん性である。

9 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
10 テルにほとんど溶けない。

11 本品は乾燥空气中で風解しやすく、湿った空气中で結晶の  
12 表面が黄褐色となる。

13 確認試験 本品の水溶液(1→10)は第一鉄塩及び硫酸塩の定性  
14 反応 (1.09) を呈する。

15 純度試験

16 (1) 溶状 本品1.0gを水20mL及び希硫酸1mLに溶かすと  
17 き、液は澄明である。

18 (2) 酸 本品を粉末とし、その5.0gにエタノール  
19 (95)50mLを加え、2分間よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ  
20 液25mLに水50mL、プロモチモールブルー試液3滴及び希水  
21 酸化ナトリウム試液0.5mLを加えるとき、液は青色である。

22 (3) 重金属 (1.07) 本品1.0gを磁製皿にとり、王水3mL  
23 に溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物を6mol/L塩酸試  
24 液5mLに溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を6mol/L塩酸試  
25 液5mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチル  
26 エーテル40mLずつで2回、次にジエチルエーテル20mLで振  
27 り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く。  
28 水層に塩酸ヒドロキシアンモニウム0.05gを加えて溶かし、  
29 水浴上で10分間加熱し、冷後、アンモニア水(28)を滴加して  
30 液のpHを3~4に調整した後、水を加えて50mLとする。こ  
31 れを検液とし、試験を行う。比較液は磁製皿に鉛標準液  
32 2.5mLを入れ、王水3mLを加え、以下同様に操作する  
33 (25ppm以下)。

34 (4) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
35 製し、試験を行う(2ppm以下)。

36 定量法 本品約0.7gを精密に量り、水20mL及び希硫酸20mL  
37 に溶かし、リン酸2mLを加え、直ちに0.02mol/L過マンガン  
38 酸カリウム液で滴定 (2.50) する。

39 0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL

40 =27.80mg  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

41 貯法 容器 気密容器。

1 硫酸バリウム

1 硫酸バリウム

2 Barium Sulfate

3 BaSO<sub>4</sub> : 233.39

4 性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

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

7 本品は塩酸、硝酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない。

8 確認試験

9 (1) 本品0.5gをろつばにとり、無水炭酸ナトリウム及び炭  
10 酸カリウムそれぞれ2gを加えてよく混ぜ、加熱して融解し、  
11 冷後、熱湯を加え、かき混ぜてろ過し、ろ液に塩酸を加えて  
12 酸性とした液は硫酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

13 (2) (1)の熱湯不溶物を水で洗った後、酢酸(31)2mLに溶  
14 かし、必要ならばろ過する。この液はバリウム塩の定性反応  
15 (1.09) を呈する。

16 純度試験

17 (1) 液性 本品1.0gに水20mLを加え、5分間振り混ぜる  
18 とき、液は中性である。

19 (2) リン酸塩 本品1.0gに硝酸3mL及び水5mLを加えて5  
20 分間煮沸し、冷後、水を加えてもとの容量とし、希硝酸で洗  
21 ったろ紙でろ過し、ろ液に等容量のセモリブデン酸六アンモ  
22 ニウム試液を加え、50~60°Cで1時間放置するとき、黄色の  
23 沈殿を生じない。

24 (3) 硫化物 本品10gを250mLの三角フラスコにとり、希  
25 塩酸10mL及び水を加えて100mLとし、10分間煮沸する  
26 とき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変しない。

27 (4) 重金属 (1.07) 本品5.0gに酢酸(100)2.5mL及び水  
28 50mLを加え、10分間煮沸し、冷後、アンモニア試液0.5mL  
29 及び水を加えて100mLとし、ろ過する。ろ液50mLを検液と  
30 し、試験を行う。比較液は鉛標準液2.5mLに酢酸  
31 (100)1.25mL、アンモニア試液0.25mL及び水を加えて  
32 50mLとする(10ppm以下)。

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

35 (6) 塩酸可溶物及び可溶性バリウム塩 (3)の液を冷却し、  
36 水を加えて100mLとし、ろ過する。ろ液50mLを水浴上で蒸  
37 発乾固する。これに塩酸2滴及び温湯10mLを加え、定量分  
38 析用ろ紙を用いてろ過し、温湯10mLで洗い、ろ液及び洗液  
39 を合わせ、水浴上で再び蒸発乾固し、残留物を105°Cで1時  
40 間乾燥するとき、その量は15mg以下である。残留物のある  
41 場合は、これに水10mLを加え、振り混ぜてろ過し、ろ液に  
42 希硫酸0.5mLを加え、30分間放置するとき、液は混濁しな  
43 い。

44 貯法 容器 密閉容器。

1 硫酸マグネシウム水和物

1 硫酸マグネシウム水和物

2 Magnesium Sulfate Hydrate

3 硫酸マグネシウム

4  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : 246.47

5 本品を強熱したものは定量するとき、硫酸マグネシウム  
6 ( $\text{MgSO}_4$  : 120.37)99.0%以上を含む。

7 性状 本品は無色又は白色の結晶で、味は苦く、清涼味及び塩  
8 味がある。

9 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)にほとんど  
10 溶けない。

11 本品は希塩酸に溶ける。

12 確認試験 本品の水溶液(1→40)はマグネシウム塩及び硫酸塩  
13 の定性反応(1.09)を呈する。

14 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは5.0～  
15 8.2である。

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1.0gをとり、試験を行う。比較  
20 液には0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下)。

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

24 (4) 亜鉛 本品2.0gを水20mLに溶かし、酢酸(31)1mL及  
25 びヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム試液5滴を加えるとき、液  
26 は混濁しない。

27 (5) カルシウム 本品1.0gを希塩酸5.0mL及び水に溶かし、  
28 100mLとし、試料溶液とする。別に本品1.0gをとり、カル  
29 シウム標準液2.0mL、希塩酸5.0mL及び水に溶かし、正確に  
30 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ  
31 き、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、  
32 試料溶液及び標準溶液の吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定するとき、  
33  $A_T$ は $A_S - A_T$ より小さい(0.02%以下)。

34 使用ガス：

35 可燃性ガス アセチレン又は水素

36 支燃性ガス 空気

37 ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

38 波長：422.7nm

39 (6) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
40 製し、試験を行う(2ppm以下)。

41 強熱減量(2.43) 45.0～52.0%(1g, 105℃で2時間乾燥後、  
42 450℃で3時間強熱)。

43 定量法 本品を105℃で2時間乾燥後、450℃で3時間強熱し、  
44 その約0.6gを精密に量り、希塩酸2mL及び水に溶かし、正  
45 確に100mLとする。この液25mLを正確に量り、水50mL及  
46 びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加  
47 え、0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム  
48 液で滴定(2.50)する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩  
49 化ナトリウム指示薬0.04g)。同様の方法で空試験を行い、補  
50 正する。

51 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

52 1mL

53 =6.018mg  $\text{MgSO}_4$

54 貯法 容器 密閉容器。

1 硫酸マグネシウム水

1 硫酸マグネシウム水

2 Magnesium Sulfate Mixture

3 本品は定量するとき、硫酸マグネシウム水和物( $\text{MgSO}_4 \cdot$   
4  $7\text{H}_2\text{O}$ : 246.47)13.5~16.5w/v%を含む。

5 製法

硫酸マグネシウム水和物	150g
苦味チンキ	20mL
希塩酸	5mL
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000mL

6 以上をとり、用時製する。

7 性状 本品は淡黄色澄明の液で、酸味と苦味がある。

8 確認試験

9 (1) 本品はマグネシウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

10 (2) 本品は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

11 定量法 本品10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLと  
12 する。この液10mLを正確に量り、水50mL及びpH10.7のア  
13 ンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え、0.05mol/L  
14 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定  
15 (2.50)する(指示薬:エリオクロムブラックT・塩化ナトリ  
16 ウム指示薬0.04g)。

17 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

18 1mL

19 =12.32mg  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

20 貯法 容器 気密容器。

## 1 硫酸マグネシウム注射液

### 1 硫酸マグネシウム注射液

#### 2 Magnesium Sulfate 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 硫酸マグネシウム水和物( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  : 246.47)を含む。

6 製法 本品は「硫酸マグネシウム水和物」をとり、注射剤の製

7 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 本品の表示量に従い「硫酸マグネシウム水和物」

10 0.5gに対応する容量をとり、水を加えて20mLとした液はマ

11 グネシウム塩及び硫酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

12 pH (2.54) 5.5～7.0。ただし、表示濃度が5%を超えるとき

13 は、水を用いて5%溶液とし、この液につき、試験を行う。

14 エンドトキシン (4.01) 0.09EU/mg未満。

15 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

16 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

17 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

18 無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

19 適合する。

20 定量法 本品の硫酸マグネシウム水和物( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )約

21 0.3gに対応する容量を正確に量り、水を加えて75mLとし、

22 pH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え、

23 以下「硫酸マグネシウム水和物」の定量法を準用する。

24 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

25 1mL

26 =12.32mg  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

27 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容

28 器を使用することができる。

1 リンゲル液

1 リンゲル液

2 Ringer's Solution

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、塩素〔Cl : 35.45〕として0.53～  
5 0.58w/v%及び塩化カルシウム水和物(CaCl<sub>2</sub>・2H<sub>2</sub>O :  
6 147.01)0.030～0.036w/v%を含む。

7 製法

塩化ナトリウム	8.6g
塩化カリウム	0.3g
塩化カルシウム水和物	0.33g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000mL

8 以上をとり、注射剤の製法により製する。

9 本品には保存剤を加えない。

10 性状 本品は無色透明の液で、弱い塩味がある。

11 確認試験

12 (1) 本品10mLを濃縮して5mLとした液は、カリウム塩及  
13 びカルシウム塩の定性反応(1.09)を呈する。

14 (2) 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応(1.09)を  
15 呈する。

16 pH(2.5.4) 5.0～7.5

17 純度試験

18 (1) 重金属(1.07) 本品100mLを水浴上で濃縮して約  
19 40mLとし、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これ  
20 を検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液3.0mLに希酢酸  
21 2mL及び水を加えて50mLとする(0.3ppm以下)。

22 (2) ヒ素(1.11) 本品20mLをとり、これを検液とし、試  
23 験を行う(0.1ppm以下)。

24 エンドトキシン(4.01) 0.50EU/mL未満。

25 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

26 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

27 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

30 定量法

31 (1) 塩素 本品20mLを正確に量り、水30mLを加え、強  
32 く振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀液で滴定(2.50)する(指示  
33 薬：フルオレセインナトリウム試液3滴)。

34 0.1mol/L硝酸銀液1mL=3.545mg Cl

35 (2) 塩化カルシウム水和物 本品50mLを正確に量り、  
36 8mol/L水酸化カリウム試液2mL及びNN指示薬0.05gを加え、  
37 直ちに0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウ  
38 ム液で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色  
39 が青色に変わるときとする。

40 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

41 1mL

42 =1.470mg CaCl<sub>2</sub>・2H<sub>2</sub>O

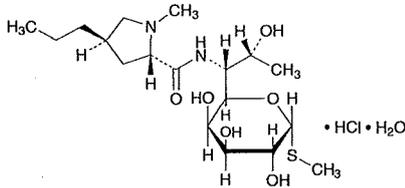
43 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容  
44 器を使用することができる。

1 リンコマイシン塩酸塩水和物

2 Lincomycin Hydrochloride Hydrate

3 塩酸リンコマイシン

4 リンコマイシン塩酸塩



5

6  $C_{18}H_{34}N_2O_6S \cdot HCl \cdot H_2O : 461.01$

7 Methyl 6,8-dideoxy-6-[(2S,4R)-1-methyl-4-

8 propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-D-erythro-α-D-

9 galacto-octopyranoside monohydrochloride monohydrate

10 [7179-49-9]

11 本品は、*Streptomyces lincolnensis* var. *lincolnensis*の培  
12 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  
13 る。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり  
15 825μg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、リンコマ  
16 イシン( $C_{18}H_{34}N_2O_6S : 406.54$ )としての量を質量(力価)で示  
17 す。

18 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

19 本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(95)に  
20 やや溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくい。

21 確認試験

22 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ  
23 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  
24 スペクトル又はリンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを  
25 比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところと同様  
26 の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)(1.09)  
28 を呈する。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20} : +135 \sim +150^\circ(0.5g, \text{水}, 25mL,$   
30  $100mm)$ 。

31 pH(2.54) 本品0.10gを水1mLに溶かした液のpHは3.0～  
32 5.5である。

33 純度試験

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

36 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第4法により操作し、  
37 試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(5ppm以  
38 下)。

39 (3) リンコマイシンB 定量法の試料溶液20μLにつき、  
40 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行  
41 い、リンコマイシンのピーク面積及びリンコマイシンに対す  
42 る相対保持時間が約0.5のリンコマイシンBのピーク面積を  
43 自動積分法により測定するとき、リンコマイシンBのピーク  
44 面積は、リンコマイシン及びリンコマイシンBの合計面積の  
45 5.0%以下である。

46 試験条件

47 定量法の試験条件を準用する。

48 システム適合性

49 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  
50 ム適合性を準用する。

51 検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、移動相を加  
52 えて正確に20mLとする。この液20μLから得たリン  
53 コマイシンのピーク面積が試料溶液のリンコマイシン  
54 のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する。

55 水分(2.48) 3.0～6.0%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

56 定量法 本品及びリンコマイシン塩酸塩標準品約10mg(力価)

57 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  
58 確に10mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及  
59 び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
60 トグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のリ  
61 ンコマイシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

62 リンコマイシン( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )の量[μg(力価)]

$$63 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

64  $M_S$ ：リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

65 試験条件

66 検出器：紫外吸光度計(測定波長：210nm)

67 カラム：内径4mm, 長さ25cmのステンレス管に5μmの  
68 液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲ  
69 ルを充てんする。

70 カラム温度：46℃付近の一定温度

71 移動相：リン酸13.5mLに水1000mLを加え、アンモニ  
72 ア試液を加えてpH6.0に調整する。この液780mLに  
73 アセトニトリル150mL及びメタノール150mLを加え  
74 る。

75 流量：リンコマイシンの保持時間が約9分になるように  
76 調整する。

77 システム適合性

78 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
79 操作するとき、リンコマイシンのピークの理論段数及  
80 びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.3以  
81 下である。

82 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
83 で試験を6回繰り返すとき、リンコマイシンのピーク  
84 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 貯法 容器 気密容器。

1 リンコマイシン塩酸塩注射液

2 Lincomycin Hydrochloride Injection

3 塩酸リンコマイシン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%に

6 対応するリンコマイシン( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$  : 406.54)を含む。

7 製法 本品は「リンコマイシン塩酸塩水和物」をとり、注射剤

8 の製法により製する。

9 性状 本品は無色澄明の液である。

10 確認試験 本品の表示量に従い「リンコマイシン塩酸塩水和

11 物」30mg(力価)に対応する容量をとり、水30mLを加えて試

12 料溶液とする。別にリンコマイシン塩酸塩標準品10mg(力

13 価)を水10mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につ

14 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試

15 料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シ

16 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

17 アンモニウム150gを水800mLに溶かし、アンモニア水(28)

18 を加えてpH9.6に調整した後、水を加えて1000mLとする。

19 この液80mLに2-プロパノール40mL及び酢酸エチル90mL

20 を加えて振り混ぜ、上層を展開溶媒として約15cm展開した

21 後、薄層板を風乾する。これに過マンガン酸カリウム溶液(1

22 →1000)を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポッ

23 ト及び標準溶液から得たスポットのR<sub>f</sub>値は等しい。

24 pH(2.5.4) 3.5～5.5

25 エンドトキシン(4.01) 0.50EU/mg(力価)未満。

26 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

27 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

28 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

29 無菌(4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、

30 適合する。

31 定量法 本品の「リンコマイシン塩酸塩水和物」約0.3g(力価)

32 に対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に30mL

33 とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に

34 20mLとし、試料溶液とする。別にリンコマイシン塩酸塩標

35 準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶

36 かし、正確に20mLとし、標準溶液とする。以下「リンコマ

37 イシン塩酸塩水和物」の定量法を準用する。

38 リンコマイシン( $C_{18}H_{34}N_2O_6S$ )の量[mg(力価)]

39  $= M_s \times A_T / A_s \times 15$

40  $M_s$ : リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

41 貯法 容器 密封容器。

1 無水リン酸水素カルシウム

1 無水リン酸水素カルシウム

2 Anhydrous Dibasic Calcium Phosphate

3 無水第二リン酸カルシウム

4  $\text{CaHPO}_4$  : 136.06

5 [7757-93-9]

6 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  
7 各条である。

8 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むこと  
9 より示す。

10 本品は定量するとき、リン酸水素カルシウム  
11 ( $\text{CaHPO}_4$ )98.0~103.0%を含む。

12 ◆性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒である。

13 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

14 本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。◆

15 確認試験

16 (1) 本品0.1gに2mol/L塩酸試液10mLを加え、加温して溶  
17 かし、アンモニア試液2.5mLを振り混ぜながら滴加し、シュ  
18 ウ酸アンモニウム試液5mLを加えるとき、白色の沈殿を生  
19 じる。

20 (2) 本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし、70°Cで1~2分間加  
21 温し、七モリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えると  
22 き、黄色の沈殿を生じる。

23 純度試験

24 (1) 酸不溶物 本品5.0gに水40mL及び塩酸10mLを加え、  
25 5分間穏やかに煮沸し、冷後、不溶物を定量分析用ろ紙を用  
26 いてろ取する。洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなく  
27 なるまで水で洗い、残留物をろ紙とともに600±50°Cで強熱  
28 して灰化するとき、その量は10mg以下である(0.2%以下)。

29 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.20gを水20mL及び希硝酸  
30 13mLに溶かし、水を加えて100mLとし、必要ならばろ過す  
31 る。この液50mLを検液とし、試験を行う。比較液には  
32 0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.248%以下)。

33 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.5gを水5mL及び希塩酸5mLに  
34 溶かし、水を加えて100mLとし、必要ならばろ過する。ろ  
35 液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。この液  
36 を検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
37 1.0mLを加える(0.48%以下)。

38 (4) 炭酸塩 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水5mL  
39 を加えて振り混ぜ、直ちに塩酸2mLを加えるとき、液は泡  
40 立たない。

41 ◆(5) 重金属 (1.07) 本品0.65gに水5mL及び希塩酸5mL  
42 を加え、加温して溶かし、冷後、わずかに沈殿を生じるまで  
43 アンモニア試液を加えた後、少量の希塩酸を滴加して沈殿を  
44 溶かし、pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び  
45 水を加えて50mLとする。これ検液とし、試験を行う。比  
46 較液は鉛標準液2.0mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩  
47 衝液10mL及び水を加えて50mLとする(31ppm以下)。◆

48 (6) バリウム 本品0.5gに水10mLを加えて煮沸し、かき  
49 混ぜながら塩酸1mLを滴加して溶かし、冷後、必要ならば  
50 ろ過し、硫酸カリウム試液2mLを加え、10分間放置すると

51 き、液は混濁しない。

52 ◆(7) ヒ素 (1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし、これ  
53 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。◆

54 強熱減量 (2.43) 6.6~8.5%(1g, 800~825°C, 恒量)。

55 定量法 本品約0.4gを精密に量り、希塩酸12mLに溶かし、水  
56 を加えて正確に200mLとする。この液20mLを正確に量り、  
57 これに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウ  
58 ム液25mLを正確に加え、水50mL及びpH10.7のアンモニ  
59 ア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え、過量のエチレン  
60 ジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L硫酸亜鉛液  
61 で滴定 (2.50) する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化  
62 ナトリウム指示薬25mg)。同様の方法で空試験を行う。

63 0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

64 1mL

65 =2.721mg  $\text{CaHPO}_4$

66 ◆貯法 容器 密閉容器。◆

1 リン酸水素カルシウム水和物

1 リン酸水素カルシウム水和物

2 Dibasic Calcium Phosphate Hydrate

3 第二リン酸カルシウム

4 リン酸水素カルシウム

5  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 172.09

6 [7789-77-7]

7 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品  
8 各条である。

9 なお、三薬局方で調和されていない部分は「♦」で囲むこと  
10 より示す。

11 本品は定量するとき、リン酸水素カルシウム水和物  
12 ( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )98.0~105.0%を含む。

13 ♦性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

14 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

15 本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。♦

16 確認試験

17 (1) 本品0.1gに2mol/L塩酸試液10mLを加え、加温して溶  
18 かし、アンモニア試液2.5mLを振り混ぜながら滴加し、シュ  
19 ウ酸アンモニウム試液5mLを加えるとき、白色の沈殿を生  
20 じる。

21 (2) 本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし、70°Cで1~2分間加  
22 温し、セモリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えると  
23 き、黄色の沈殿を生じる。

24 純度試験

25 (1) 酸不溶物 本品5.0gに水40mL及び塩酸10mLを加え、  
26 5分間穏やかに煮沸し、冷後、不溶物を定量分析用ろ紙を用  
27 いてろ取する。洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなく  
28 なるまで水で洗い、残留物をろ紙とともに600±50°Cで強熱  
29 して灰化するとき、その量は10mg以下である(0.2%以下)。

30 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.20gを水20mL及び希硝酸  
31 13mLに溶かし、水を加えて100mLとし、必要ならばろ過す  
32 る。この液50mLを検液とし、試験を行う。比較液には  
33 0.01mol/L塩酸0.70mLを加える(0.248%以下)。

34 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.5gを水5mL及び希塩酸5mLに  
35 溶かし、水を加えて100mLとし、必要ならばろ過する。ろ  
36 液20mLに希塩酸1mL及び水を加えて50mLとする。この液  
37 を検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸  
38 1.0mLを加える(0.48%以下)。

39 (4) 炭酸塩 本品1.0gに新たに煮沸して冷却した水5mL  
40 を加えて振り混ぜ、直ちに塩酸2mLを加えるとき、液は泡  
41 立たない。

42 ♦(5) 重金属 (1.07) 本品0.65gに水5mL及び希塩酸5mL  
43 を加え、加温して溶かし、冷後、わずかに沈殿を生じるまで  
44 アンモニア試液を加えた後、少量の希塩酸を滴加して沈殿を  
45 溶かし、pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び  
46 水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比  
47 較液は鉛標準液2.0mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩  
48 衝液10mL及び水を加えて50mLとする(31ppm以下)。♦

49 (6) バリウム 本品0.5gに水10mLを加えて煮沸し、かき  
50 混ぜながら塩酸1mLを滴加して溶かし、冷後、必要ならば

51 ろ過し、硫酸カリウム試液2mLを加え、10分間放置すると  
52 き、液は混濁しない。

53 ♦(7) ヒ素 (1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし、これ  
54 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。♦

55 強熱減量 (2.43) 24.5~26.5%(1g, 800~825°C, 恒量)。

56 定量法 本品約0.4gを精密に量り、希塩酸12mLに溶かし、水  
57 を加えて正確に200mLとする。この液20mLを正確に量り、  
58 これに0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウ  
59 ム液25mLを正確に加え、水50mL及びpH10.7のアンモニ  
60 ア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加え、過量のエチレン  
61 ジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L硫酸亜鉛液  
62 で滴定 (2.50) する(指示薬:エリオクロムブラックT・塩化  
63 ナトリウム指示薬25mg)。同様の方法で空試験を行う。

64 0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
65 1mL

66 =3.442mg  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

67 ♦貯法 容器 密閉容器。♦

1 リン酸水素ナトリウム水和物

1 リン酸水素ナトリウム水和物

2 Dibasic Sodium Phosphate Hydrate

3 リン酸水素ナトリウム

4 リン酸ナトリウム

5  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  : 358.14

6 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リン酸水素  
7 ナトリウム( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  : 141.96)98.0%以上を含む。

8 性状 本品は無色又は白色の結晶で、においはない。

9 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエー  
10 テルにほとんど溶けない。

11 本品は温乾燥空気中で風解する。

12 確認試験

13 (1) 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応  
14 (1.09)の(1)及び(2)を呈する。

15 (2) 本品の水溶液(1→10)はリン酸塩の定性反応(1.09)の  
16 (1)及び(3)を呈する。

17 (3) 本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし、70°Cで1~2分間加  
18 温し、セモリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えると  
19 き、黄色の沈殿を生じる。

20 純度試験

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

23 (2) 塩化物(1.03) 本品1.0gを希硝酸7mL及び水に溶か  
24 し、50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液に  
25 は0.01mol/L塩酸0.40mLを加える(0.014%以下)。

26 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.5gを希塩酸2mL及び水に溶か  
27 し、50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液に  
28 は0.005mol/L硫酸0.40mLを加える(0.038%以下)。

29 (4) 炭酸塩 本品2.0gに水5mLを加え煮沸し、冷後、塩  
30 酸2mLを加えるとき、液は泡立たない。

31 (5) 重金属(1.07) 本品2.0gを酢酸(31)4mL及び水に溶  
32 かし、50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液  
33 は鉛標準液2.0mLに希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする  
34 (10ppm以下)。

35 (6) ヒ素(1.11) 本品1.0gをとり、第1法により検液を調  
36 製し、試験を行う(2ppm以下)。

37 乾燥減量(2.41) 57.0~61.0%(1g, 40°Cで3時間、次に105°C  
38 で5時間乾燥する。ただし、試料の厚みは2mm未満)。

39 定量法 本品約6gを精密に量り、水50mLに溶かし、15°Cに保  
40 ち、0.5mol/L硫酸で滴定(2.50)する(指示薬:メチルオレン  
41 ジ・キシレンシアノールFF試液3~4滴)。ただし、滴定の終  
42 点は液の色が緑色から暗い緑みの赤紫色に変わるときとする。

43 0.5mol/L硫酸1mL=142.0mg  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$

44 貯法 容器 気密容器。

1 リン酸二水素カルシウム水和物

1 リン酸二水素カルシウム水和物

2 Monobasic Calcium Phosphate Hydrate

3 第一リン酸カルシウム

4 リン酸二水素カルシウム

5  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  : 252.07

6 本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸二水素カルシ  
7 ウム水和物 $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 90.0%以上を含む。

8 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、  
9 酸味がある。

10 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)又はジエチル  
11 エーテルにほとんど溶けない。

12 本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

13 本品はやや潮解性である。

14 確認試験

15 (1) 本品0.1gに薄めた塩酸(1→6)10mLを加え、加温して  
16 溶かし、アンモニア試液2.5mLを振り混ぜながら滴加し、シ  
17 ユウ酸アンモニウム試液5mLを加えるとき、白色の沈殿を  
18 生じる。

19 (2) 本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし、70℃で1~2分間加  
20 温し、セモリブデン酸六アンモニウム試液2mLを加えると  
21 き、黄色の沈殿を生じる。

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0gに水19mL及び薄めた塩酸(3→4)2mL  
24 を加え、水浴中で時々振り混ぜ5分間加熱するとき、液は無  
25 色澄明である。

26 (2) リン酸水素塩及び酸 本品1.0gに水3mLを加えてす  
27 り混ぜ、更に水100mLを加え、メチルオレンジ試液1滴を加  
28 えるとき、液は赤色を呈する。更に1mol/L水酸化ナトリウ  
29 ム液1.0mLを加えるとき、液は黄色に変わる。

30 (3) 塩化物 (1.03) 本品1.0gを水20mL及び希硝酸12mL  
31 に溶かし、水を加えて100mLとし、必要ならばろ過する。  
32 この液50mLを検液とし、試験を行う。比較液には  
33 0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.018%以下)。

34 (4) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0gを水20mL及び塩酸1mLに溶  
35 かし、水を加えて100mLとし、必要ならばろ過する。この  
36 液50mLを検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫  
37 酸0.50mLを加える(0.048%以下)。

38 (5) 重金属 (1.07) 本品0.65gに水5mL及び希塩酸5mLを  
39 加え、加温して溶かし、冷後、わずかに沈殿を生じるまでア  
40 ンモニア試液を加えた後、少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶  
41 かし、pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10mL及び水  
42 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
43 液は鉛標準液2.0mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝  
44 液10mL及び水を加えて50mLとする(31ppm以下)。

45 (6) ヒ素 (1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし、これ  
46 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

47 乾燥減量 (2.41) 3.0%以下(1g, シリカゲル, 24時間)。

48 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、希塩酸  
49 3mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この液  
50 20mLを正確に量り、これに0.02mol/Lエチレンジアミン四  
51 酢酸二水素二ナトリウム液25mLを正確に加え、水50mL及

52 びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5mLを加  
53 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  
54 0.02mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬: エリオク  
55 ロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬25mg)。同様の方法  
56 で空試験を行う。

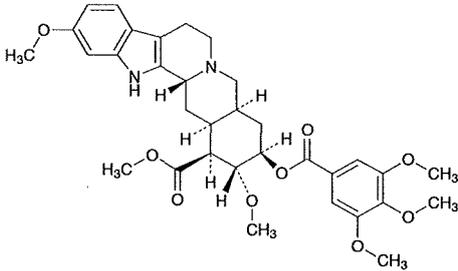
57 0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液  
58 1mL

59 =5.041mg  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

60 貯法 容器 気密容器。

## 1 レセルピン

## 2 Reserpine



3

4  $C_{33}H_{40}N_2O_9$  : 608.68

5 Methyl(3*S*,16*S*,17*R*,18*R*,20*R*)-11,17-dimethoxy-18-  
6 (3,4,5-trimethoxybenzoyloxy)yohimban-16-carboxylate  
7 [50-55-5]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、レセルピン  
9 ( $C_{33}H_{40}N_2O_9$ )96.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく、アセト  
12 ニトリルに溶けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、  
13 水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品は光によって変化する。

## 15 確認試験

16 (1) 本品1mgにバニリン・塩酸試液1mLを加えて加温す  
17 るとき、液はあざやかな赤紫色を呈する。

18 (2) 本品のアセトニトリル溶液(1→50000)につき、紫外  
19 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
20 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレセルピン標  
21 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
22 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
23 吸収を認める。

24 (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の  
25 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと  
26 本品の参照スペクトル又は乾燥したレセルピン標準品のスペ  
27 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  
28 ろに同様の強度の吸収を認める。

29 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : -114～-127°(乾燥後, 0.25g, クロ  
30 ロホルム, 25mL, 100mm)。

31 純度試験 類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用  
32 いて行う。本品50mgをアセトニトリル50mLに溶かし、試  
33 料溶液とする。この液3mLを正確に量り、アセトニトリル  
34 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及  
35 び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ  
36 トグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
37 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  
38 液のレセルピン以外のピークの合計面積は、標準溶液のレセ  
39 ルピンのピーク面積より大きくない。

## 40 試験条件

41 検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準  
42 用する。

43 移動相: pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液

44 /アセトニトリル混液(13:7)

45 流量: レセルピンの保持時間が約20分になるように調  
46 整する。47 面積測定範囲: レセルピンの保持時間の約2倍の範囲  
48 システム適合性49 検出の確認: 標準溶液2mLを正確に量り、アセトニト  
50 リルを加えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから  
51 得たレセルピンのピーク面積が、標準溶液のレセルピ  
52 ンのピーク面積の3～5%になることを確認する。

53 システムの性能: 本品0.01g及びパラオキシ安息香酸ブ  
54 チル4mgをアセトニトリル100mLに溶かす。この液  
55 5mLにアセトニトリルを加えて50mLとする。この液  
56 20 $\mu$ Lにつき、定量法の試験条件で操作するとき、レ  
57 セルピン、パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し、  
58 その分離度は2.0以上である。

59 システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
60 で試験を6回繰り返すとき、レセルピンのピーク面積  
61 の相対標準偏差は2.0%以下である。

62 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(0.2g, 減圧, 60°C, 3時間)。

63 強熱残分(2.44) 0.2%以下(0.2g)。

64 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
65 品及びレセルピン標準品を乾燥し、その約10mgずつを精密  
66 に量り、それぞれをアセトニトリルに溶かし、正確に  
67 100mLとする。この液5mLずつを正確に量り、それぞれに  
68 内標準溶液10mLを正確に加え、次いでアセトニトリル5mL  
69 を加えた後、水を加えて50mLとし、試料溶液及び標準溶液  
70 とする。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液  
71 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物  
72 質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比 $Q_T$ 及  
73 び $Q_S$ を求める。

74 レセルピン( $C_{33}H_{40}N_2O_9$ )の量(mg) =  $M_S \times Q_T / Q_S$ 75  $M_S$ : レセルピン標準品の秤取量(mg)76 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  
77 溶液(1→50000)

## 78 試験条件

79 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 268nm)

80 カラム: 内径4mm, 長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ mの  
81 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
82 カゲルを充てんする。

83 カラム温度: 40°C付近の一定温度

84 移動相: pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液  
85 /アセトニトリル混液(11:9)86 流量: レセルピンの保持時間が約10分になるように調  
87 整する。

## 88 システム適合性

89 システムの性能: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
90 操作するとき、レセルピン、内標準物質の順に溶出し、  
91 その分離度は2.0以上である。

92 システムの再現性: 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
93 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
94 に対するレセルピンのピーク面積の比の相対標準偏差  
95 は2.0%以下である。

## 2 レセルピン

96 貯法

97 保存条件 遮光して保存する.

98 容器 気密容器.

1 レセルピン散0.1%

1 レセルピン散0.1%

2 0.1% Reserpine Powder

3 レセルピン散

4 本品は定量するとき、レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub> :

5 608.68)0.09~0.11%を含む。

6 製法

レセルピン	1g
乳糖水和物	適量
全量	1000g

7 以上をとり、散剤の製法により製する。

8 確認試験 本品0.4gをとり、アセトニトリル20mLを加えて30

9 分間振り混ぜた後、遠心分離し、この上澄液につき、紫外可

10 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

11 き、波長265~269nm及び294~298nmに吸収の極大を示す。

12 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本

13 品のレセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)約0.5mgに対応する量を精密に

14 量り、水12mLを加えて分散し、内標準溶液10mLを正確に

15 加え、次にアセトニトリル10mLを加え、50°Cで15分間加温

16 して溶かした後、更に水を加えて50mLとし、試料溶液とす

17 る。別にレセルピン標準品を60°Cで3時間減圧乾燥し、その

18 約10mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に

19 100mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液

20 10mLを正確に加え、次にアセトニトリル5mLを加え、更に

21 水を加えて50mLとし、標準溶液とする。以下「レセルピ

22 ン」の定量法を準用する。

23 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の量(mg) =  $M_s \times Q_T / Q_S \times 1/20$

24  $M_s$  : レセルピン標準品の秤取量(mg)

25 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

26 溶液(1→50000)

27 貯法

28 保存条件 遮光して保存する。

29 容器 密閉容器。

## 1 レセルピン錠

## 2 Reserpine Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub> : 608.68)を含む。

5 製法 本品は「レセルピン」をとり、錠剤の製法により製する。

6 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「レセルピン」  
7 0.4mgに対応する量を取り、アセトニトリル20mLを加えて  
8 30分間振り混ぜた後、遠心分離し、この上澄液につき、紫  
9 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  
10 るとき、波長265～269nm及び294～298nmに吸収の極大を  
11 示す。

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

14 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品1  
15 個をとり、水2mLを加え、振り混ぜながら50℃で15分間加  
16 温して崩壊させる。冷後、本品のレセルピン  
17 (C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)0.1mg当たり内標準溶液2mLを正確に加え、次  
18 いでアセトニトリル2mLを加え、50℃で15分間振り混ぜな  
19 がら加温し、冷後、水を加えて10mLとする。この液を遠心  
20 分離し、その上澄液を試料溶液とする。別にレセルピン標準  
21 品を60℃で3時間減圧乾燥し、その約10mgを精密に量り、  
22 アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この液  
23 5mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、次にア  
24 セトニトリル5mLを加え、更に水を加えて50mLとし、標準  
25 溶液とする。以下「レセルピン」の定量法を準用する。

26 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の量(mg)

$$27 = M_S \times Q_T / Q_S \times C / 10$$

28 M<sub>S</sub> : レセルピン標準品の秤取量(mg)

29 C : 1錠中のレセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の表示量(mg)

30 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  
31 溶液(1→50000)

32 溶出性(6.10) 試験液にポリソルベート80 1gを薄めた希酢酸  
33 (1→200)に溶かし20Lとした液500mLを用い、パドル法によ  
34 り、毎分100回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率  
35 は70%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
37 20mL以上をとり、ポリエステル繊維を積層したフィルター  
38 でろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液と  
39 する。別にレセルピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し、表  
40 示量の100倍量を精密に量り、クロロホルム1mL及びエタノ  
41 ール(95)80mLに溶かし、試験液を加えて正確に200mLとす  
42 る。この液1mLを正確に量り、試験液を加えて正確に  
43 250mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5mL  
44 ずつを正確に量り、褐色の共栓試験管T及びSに入れ、エタ  
45 ノール(99.5)5mLずつを正確に加えてよく振り混ぜた後、薄  
46 めた酸化バナジウム(V)試液(1→2)1mLずつを正確に加え、  
47 激しく振り混ぜ、30分間放置する。これらの液につき、蛍  
48 光光度法(2.22)により試験を行い、励起波長400nm、蛍光  
49 波長500nmにおける蛍光の強さF<sub>T</sub>及びF<sub>S</sub>を測定する。

50 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$51 = M_S \times F_T / F_S \times 1 / C$$

52 M<sub>S</sub> : レセルピン標準品の秤取量(mg)

53 C : 1錠中のレセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の表示量(mg)

54 定量法 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いて行う。本  
55 品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。  
56 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)約0.5mgに対応する量を精密に量り、  
57 水3mLを加え、50℃で15分間振り混ぜながら加温する。冷  
58 後、内標準溶液10mLを正確に加え、次いでアセトニトリル  
59 10mLを加え、更に50℃で15分間振り混ぜながら加温する。  
60 冷後、水を加えて50mLとする。この液を遠心分離し、その  
61 上澄液を試料溶液とする。別にレセルピン標準品を60℃で3  
62 時間減圧乾燥し、その約10mgを精密に量り、アセトニトリ  
63 ルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
64 り、内標準溶液10mLを正確に加え、次にアセトニトリル  
65 5mLを加え、更に水を加えて50mLとし、標準溶液とする。  
66 以下「レセルピン」の定量法を準用する。

67 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の量(mg) = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 1 / 20

68 M<sub>S</sub> : レセルピン標準品の秤取量(mg)

69 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル  
70 溶液(1→50000)

## 71 貯法

72 保存条件 遮光して保存する。

73 容器 密閉容器。

1 レセルピン注射液

2 Reserpine 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 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>：608.68)を含む。

6 製法 本品は「レセルピン」をとり、注射剤の製法により製す  
7 る。

8 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

9 pH：2.5～4.0

10 確認試験 本品の表示量に従い「レセルピン」1.5mgに対応す  
11 る容量をとり、ジエチルエーテル10mLを加え、10分間振り  
12 混ぜた後、水層をとる。必要ならば更にジエチルエーテル  
13 10mLを加え、10分間振り混ぜる操作を繰り返す。水層に水  
14 を加えて50mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定  
15 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長265～  
16 269nmに吸収の極大を示す。

17 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

18 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

19 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

22 定量法 本品のレセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)約4mgに対応する容量  
23 を正確に量り、別にレセルピン標準品を60℃で3時間減圧乾  
24 燥し、その約4mgを精密に量り、それぞれを分液漏斗に入れ、  
25 水10mL及びアンモニア試液5mLを加え、クロロホルム  
26 20mLで1回、次に10mLずつで3回、それぞれ激しく振り混  
27 ぜて抽出し、全抽出液を合わせる。このクロロホルム抽出液  
28 を薄めた塩酸(1→1000)50mLずつで2回洗い、洗液を合わせ  
29 る。次に炭酸水素ナトリウム溶液(1→100)50mLずつで2回  
30 洗い、洗液を合わせる。それぞれ合わせた洗液はクロロホル  
31 ム10mLずつで2回抽出し、各クロロホルム抽出液は初めの  
32 クロロホルム抽出液に合わせ、クロロホルムで潤した少量の  
33 脱脂綿を用いて100mLのメスフラスコ中に入らしめ、クロロ  
34 ホルム少量で洗い、クロロホルムを加えて100mLとし、試  
35 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、  
36 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
37 295nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

38 レセルピン(C<sub>33</sub>H<sub>40</sub>N<sub>2</sub>O<sub>9</sub>)の量(mg) =  $M_S \times A_T / A_S$

39  $M_S$ ：レセルピン標準品の秤取量(mg)

40 貯法

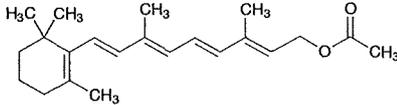
41 保存条件 遮光して保存する。

42 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 レチノール酢酸エステル

1 レチノール酢酸エステル

- 2 Retinol Acetate
- 3 酢酸レチノール
- 4 ビタミンA酢酸エステル



- 5
- 6  $C_{22}H_{32}O_2$  : 328.49
- 7 (2E,4E,6E,8E)-3,7-Dimethyl-9-(2,6,6-trimethylcyclohex-
- 8 1-en-1-yl)nona-2,4,6,8-tetraen-1-yl acetate
- 9 [I27-47-9]

- 10 本品は合成レチノール酢酸エステル又は合成レチノール酢
- 11 酸エステルに植物油を加えたものである。
- 12 本品は1gにつきビタミンA 250万単位以上を含む。
- 13 本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。
- 14 本品は定量するとき、表示単位の95.0~105.0%を含む。

15 性状 本品は微黄色~黄赤色の結晶又は軟膏よう物質で、敗油  
16 性でないわずかに特異なおいがある。

17 本品は石油エーテルに溶けやすく、エタノール(95)にやや  
18 溶けやすく、水にほとんど溶けない。

19 本品は空気又は光によって分解する。

20 確認試験 本品及びレチノール酢酸エステル標準品15000単位  
21 ずつに対応する量を量り、それぞれを石油エーテル5mLに  
22 溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、  
23 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶  
24 液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ  
25 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  
26 キサン/ジエチルエーテル混液(12:1)を展開溶媒として約  
27 10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化アンチモ  
28 ン(III)試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポ  
29 ットは、標準溶液から得た青色のスポットと色調及びR<sub>f</sub>値  
30 が等しい。

31 純度試験

32 (1) 酸価 (1.13) 2.0以下。ただし、本品5.0gを正確に量  
33 り、試験を行う。

34 (2) 過酸化物 本品約5gを精密に量り、250mLの共栓付  
35 三角フラスコ中で酢酸(100)/イソオクタン混液(3:2)50mL  
36 を加え、静かに振り混ぜて溶かす。この液に窒素約600mL  
37 を穏やかに通気し、フラスコ内の空気を置換する。更に窒素  
38 を通気しながら、飽和ヨウ化カリウム試液0.1mLを加え、直  
39 ちに密栓し、1分間連続して円を描くように振り混ぜる。水  
40 30mLを加えて密栓した後、5~10秒間激しく振り混ぜる。  
41 この液につき、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液を用いて滴  
42 定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで微黄  
43 色になったとき、デンプン試液0.5mLを加え、生じた青色が  
44 脱色するときとする。次式により過酸化物の量を求めるとき、  
45 10mEq/kg以下である。

46 過酸化物の量(mEq/kg) =  $V/M \times 10$

47  $V$ : 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

48  $M$ : 本品の秤取量(g)

49 定量法 ビタミンA定量法 (2.55) の第1法-1により試験を行  
50 う。

51 貯法

52 保存条件 遮光した容器にほとんど全満するか、又は空気を  
53 「窒素」で置換して冷所に保存する。

54 容器 気密容器。

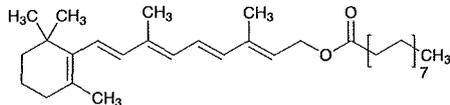
1 レチノールパルミチン酸エステル

1 レチノールパルミチン酸エステル

2 Retinol Palmitate

3 パルミチン酸レチノール

4 ビタミンAパルミチン酸エステル



5

6  $C_{36}H_{60}O_2$  : 524.86

7 (2E,4E,6E,8E)-3,7-Dimethyl-9-(2,6,6-trimethylcyclohex-

8 1-en-1-yl)nona-2,4,6,8-tetraen-1-yl palmitate

9 [79-81-2]

10 本品は合成レチノールパルミチン酸エステル又は合成レチ  
11 ノールパルミチン酸エステルに植物油を加えたもので、1g  
12 につきビタミンA 150万単位以上を含む。本品には適当な抗  
13 酸化剤を加えることができる。

14 本品は定量するとき、表示単位の95.0~105.0%を含む。

15 性状 本品は淡黄色~黄赤色の固体油脂状又は油状の物質で、  
16 敗油性でないわずかに特異なおいがある。

17 本品は石油エーテルに極めて溶けやすく、エタノール(95)  
18 に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

19 本品は空気又は光によって分解する。

20 確認試験 本品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品の  
21 それぞれ15000単位に相当する量を取り、それぞれを石油エ  
22 ーテル5mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これ  
23 らの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験  
24 を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
25 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。  
26 次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液(12:1)を展開  
27 溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに  
28 塩化アンチモン(III)試液を均等に噴霧するとき、試料溶液か  
29 ら得た主スポットは、標準溶液から得た青色のスポットと色  
30 調及びR<sub>f</sub>値が等しい。

31 純度試験

32 (1) 酸価 (1.13) 2.0以下。ただし、本品5.0gを正確に量  
33 り、試験を行う。

34 (2) 過酸化物質 本品約5gを精密に量り、250mLの共栓付  
35 三角フラスコ中で酢酸(100)/イソオクタン混液(3:2)50mL  
36 を加え、静かに振り混ぜて溶かす。この液に窒素約600mL  
37 を穏やかに通気し、フラスコ内の空気を置換する。更に窒素  
38 を通気しながら、飽和ヨウ化カリウム試液0.1mLを加え、直  
39 ちに密栓し、1分間連続して円を描くように振り混ぜる。水  
40 30mLを加えて密栓した後、5~10秒間激しく振り混ぜる。  
41 この液につき、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液を用いて滴  
42 定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで微黄  
43 色になったとき、デンプン試液0.5mLを加え、生じた青色が  
44 脱色するときとする。次式により過酸化物質の量を求めるとき、  
45 10mEq/kg以下である。

46 過酸化物質の量(mEq/kg) =  $V/M \times 10$

47 V: 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

48 M: 本品の秤取量(g)

49 定量法 ビタミンA定量法 (2.55) の第1法-1により試験を行  
50 う。

51 貯法

52 保存条件 遮光した容器にほとんど全満するか、又は空気を  
53 「窒素」で置換して冷所に保存する。

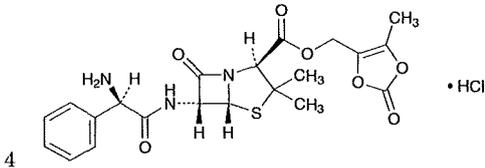
54 容器 気密容器。

1 レナンピシリン塩酸塩

1 レナンピシリン塩酸塩

2 Lenampicillin Hydrochloride

3 塩酸レナンピシリン



5 C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>S · HCl : 497.95

6 5-Methyl-2-oxo[1,3]dioxol-4-ylmethyl(2*S*,5*R*,6*R*)-6-

7 [(2*R*)-2-amino-2-phenylacetyl-amino]-3,3-dimethyl-7-

8 oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

9 monohydrochloride

10 [80734-02-7]

11 本品はアンピシリンのメチルオキシゾジオキソレニルメチル  
12 エステルの塩酸塩である。

13 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱残留溶媒物1mg  
14 当たり653~709µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、  
15 アンピシリン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S : 349.40)としての量を質量(力  
16 価)で示す。

17 性状 本品は白色~淡黄白色の粉末である。

18 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けや  
19 すく、*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすい。

20 確認試験

21 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
22 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
23 品の参照スペクトル又はレナンピシリン塩酸塩標準品のスペ  
24 クトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のとこ  
25 ろに同様の強度の吸収を認める。

26 (2) 本品の水溶液(1→100)1mLに希硝酸0.5mL及び硝酸銀  
27 試液1滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +174~+194°(脱水及び脱残留溶媒  
29 物に換算したものを0.2g, エタノール(95), 20mL, 100mm)。

30 純度試験

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

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

36 (3) 遊離アンピシリン 本品約0.1gを精密に量り、内標準  
37 溶液10mLを正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にア  
38 ンピシリン標準品約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、  
39 水に溶かして正確に100mLとする。この液2mLを正確に量  
40 り、内標準溶液10mLを正確に加え、標準溶液とする。試料  
41 溶液及び標準溶液10µLにつき、試料溶液調製後直ちに、次  
42 の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、  
43 それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対するアンピシ  
44 リンのピーク高さの比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。次式によりアンピ  
45 シリンの量を求めるとき、1.0%以下である。

46 アンピシリン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の量(%)

$$47 = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 2$$

48  $M_S$  : アンピシリン標準品の秤取量(mg)

49  $M_T$  : 本品の秤取量(mg)

50 内標準溶液 無水カフェインの移動相溶液(1→50000)

51 試験条件

52 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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

56 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

57 移動相 : リン酸二水素カリウム1.22gをとり、水に溶か  
58 して900mLとし、これにアセトニトリル100mLを加  
59 える。

60 流量 : アンピシリンの保持時間が約7分になるように調  
61 整する。

62 システム適合性

63 システムの性能 : 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
64 操作するとき、アンピシリン、内標準物質の順に溶出  
65 し、その分離度は5以上である。

66 システムの再現性 : 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
67 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さ  
68 に対するアンピシリンのピーク高さの比の相対標準偏  
69 差は5%以下である。

70 (4) ペニシロ酸 本品約0.1gを精密に量り、水に溶かして  
71 正確に100mLとし、試料溶液とする。試料溶液10mLを正確  
72 に量り、pH4.6のフタル酸水素カリウム緩衝液10mL及び  
73 0.005mol/Lヨウ素液10mLを正確に加え、遮光して正確に15  
74 分間放置した後、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定  
75 (2.50)する(指示薬 : デンプン試液1mL)。同様の方法で空  
76 試験を行い、補正するとき、ペニシロ酸(C<sub>16</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S :  
77 367.42)の量は3.0%以下である。

78 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL

$$79 = 0.45 \text{mg C}_{16}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$$

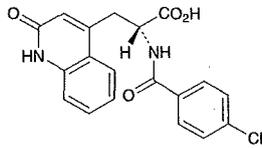
80 (5) 残留溶媒(2.46) 本品約0.25gを精密に量り、内標準  
81 溶液1mLを正確に加えて溶かし、*N,N*-ジメチルホルムア  
82 ミドを加えて5mLとし、試料溶液とする。別に2-プロパノ  
83 ール約80mg及び酢酸エチル約0.12gを精密に量り、*N,N*-ジ  
84 メチルホルムアミドを加えて正確に100mLとする。この液  
85 1mL及び3mLを正確に量り、それぞれに内標準溶液1mLを  
86 正確に加え、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて5mLと  
87 し、標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶  
88 液(1)及び標準溶液(2)4µLにつき、次の条件でガスクロマト  
89 グラフィー(2.02)により試験を行い、試料溶液の内標準物  
90 質のピーク高さに対する2-プロパノール及び酢酸エチルの  
91 ピーク高さの比 $Q_{Ta}$ 及び $Q_{Tb}$ 、標準溶液(1)の内標準物質のピ  
92 ーク高さに対する2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク  
93 高さの比 $Q_{Sa1}$ 及び $Q_{Sb1}$ 並びに標準溶液(2)の内標準物質のピ  
94 ーク高さに対する2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク  
95 高さの比 $Q_{Sa2}$ 及び $Q_{Sb2}$ を求める。次式により2-プロパノ  
96 ールの量及び酢酸エチルの量を求めるとき、それぞれ0.7%以  
97 下及び1.7%以下である。

2 レナンピシリン塩酸塩

- 98 2-プロパノールの量(%)
- 99  $= M_{Sa} / M_T \times (2Q_{Ta} - 3Q_{Sa1} + Q_{Sa2}) / (Q_{Sa2} - Q_{Sa1})$
- 100 酢酸エチルの量(%)
- 101  $= M_{Sb} / M_T \times (2Q_{Tb} - 3Q_{Sb1} + Q_{Sb2}) / (Q_{Sb2} - Q_{Sb1})$
- 102  $M_{Sa}$ : 2-プロパノールの秤取量(g)
- 103  $M_{Sb}$ : 酢酸エチルの秤取量(g)
- 104  $M_T$ : 本品の秤取量(g)
- 105 内標準溶液 シクロヘキサンの*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→1000)
- 106 試験条件
- 107 検出器: 水素炎イオン化検出器
- 108 カラム: 内径3mm, 長さ3mの管にガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミンを180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に10~15%の割合で被覆したものを充てんする。
- 109 カラム温度: 80°C付近の一定温度
- 110 注入口温度: 160°C付近の一定温度
- 111 キャリヤース: 窒素
- 112 流量: 内標準物質の保持時間が約1分になるように調整する。
- 113 システム適合性
- 114 システムの性能: 標準溶液(2)4 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, 酢酸エチル, 2-プロパノールの順に流出し, 内標準物質と酢酸エチルの分離度は2.0以上である。
- 115 システムの再現性: 標準溶液(2)4 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で試験を3回繰り返すとき, 内標準物質のピーク高さに対する酢酸エチルのピーク高さの比の相対標準偏差は5.0%以下である。
- 116 水分 (2.48) 1.5%以下(1g, 容量滴定法, 直接滴定)。
- 117 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1g)。
- 118 定量法 本品及びレナンピシリン塩酸塩標準品約0.1g(力価)に対応する量を精密に量り, それぞれを内標準溶液に溶かし, 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5 $\mu$ Lにつき, 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。
- 119 アンピシリン( $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ )の量[ $\mu$ g(力価)]
- 120  $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$
- 121  $M_S$ : レナンピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]
- 122 内標準溶液 アミノ安息香酸エチルの移動相溶液(1→4000)
- 123 試験条件
- 124 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)
- 125 カラム: 内径6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
- 126 カラム温度: 25°C付近の一定温度
- 127 移動相: リン酸二水素カリウム9.53gを水に溶かして正確に700mLとした液に, アセトニトリルを加えて正確に1000mLとする。
- 128 流量: レナンピシリンの保持時間が約6分になるように調整する。
- 129 システム適合性
- 130 システムの性能: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, レナンピシリン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は10以上である。
- 131 システムの再現性: 標準溶液5 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に対するレナンピ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。
- 132 貯法 容器 気密容器。

## 1 レバミピド

## 2 Rebamipide



及び鏡像異性体

4  $C_{19}H_{15}ClN_2O_4$  : 370.795 (2*R,S*)-2-(4-Chlorobenzoylamino)-3-(2-oxo-

6 1,2-dihydroquinolin-4-yl)propanoic acid

7 [90098-04-7]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、レバミピド  
9 ( $C_{19}H_{15}ClN_2O_4$ )99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末であり、味は苦い。

11 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、メ  
12 タノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほ  
13 とんど溶けない。

14 本品の*N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→20)は旋光性  
15 を示さない。

16 融点：約291°C(分解)。

## 17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(7→1000000)につき、紫外可  
19 視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本  
20 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両  
21 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  
22 める。

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

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

## 29 純度試験

30 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5gを*N,N*-ジメチルホルムア  
31 ミド40mLに溶かし、希硝酸6mL及び水を加えて50mLとす  
32 る。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸  
33 0.40mLに*N,N*-ジメチルホルムアミド40mL、希硝酸6mL  
34 及び水を加えて50mLとする(0.028%以下)。

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

38 (3) レバミピド*m*-クロロ異性体 本品40mgを水/  
39 pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノール混液(7:7:  
40 6)に溶かして100mLとし、試料溶液とする。この液2mLを  
41 正確に量り、水/pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/メ  
42 タノール混液(7:7:6)を加えて正確に20mLとする。更にこ  
43 の液2mLを正確に量り、水/pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩  
44 緩衝液/メタノール混液(7:7:6)を加えて正確に50mLとし、  
45 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μLずつを正確に  
46 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試  
47 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

48 より測定するとき、試料溶液のレバミピドに対する相対保持  
49 時間約0.95のレバミピド*m*-クロロ異性体のピーク面積は標  
50 準溶液のレバミピドのピーク面積の3/8より大きくない。

## 51 試験条件

52 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

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

56 カラム温度：25°C付近の一定温度

57 移動相：pH6.2のリン酸塩緩衝液300mLに水750mLを  
58 加える。この液830mLにアセトニトリル170mLを加  
59 える。

60 流量：レバミピドの保持時間が約20分になるように調  
61 整する。

## 62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/pH6.0の  
64 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノール混液(7:7:6)  
65 を加えて正確に25mLとする。この液10μLから得た  
66 レバミピドのピーク面積が標準溶液のレバミピドのピ  
67 ーク面積の15~25%になることを確認する。

68 システムの性能：試料溶液1mLをとり、水/pH6.0の  
69 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノール混液(7:7:6)  
70 を加えて100mLとする。この液10μLにつき、上記の  
71 条件で操作するとき、レバミピドのピークの理論段数  
72 及びシンメトリー係数は、それぞれ11000段以上、  
73 1.2以下である。

74 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、レバミピドのピーク面積  
76 の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 (4) 類縁物質(3)の試料溶液及び標準溶液10μLずつを正  
78 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
79 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  
80 法により測定するとき、試料溶液のレバミピドに対する相対  
81 保持時間約0.5のレバミピド*o*-クロロ異性体及び相対保持時  
82 間約0.7のレバミピド脱ベンゾイル体のピーク面積は、標準  
83 溶液のレバミピドのピーク面積の3/8より大きくなく、試  
84 料溶液のレバミピド及び上記のピーク以外のピークの面積は、  
85 標準溶液のレバミピドのピーク面積の1/4より大きくない。  
86 また、試料溶液のレバミピド以外のピークの合計面積は、標  
87 準溶液のレバミピドのピーク面積より大きくない。ただし、  
88 レバミピド*o*-クロロ異性体のピーク面積は、感度係数1.4を  
89 乗じた値とする。

## 90 試験条件

91 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

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

95 カラム温度：40°C付近の一定温度

96 移動相：1-デカンサルホン酸ナトリウム2.44gを水  
97 1000mLに溶かした液にメタノール1000mL及びリン  
98 酸10mLを加える。

99 流量：レバミピドの保持時間が約12分になるように調  
100 整する。

101 面積測定範囲：溶媒のピークの後からレバミピドの保持

## 2 レバミピド

- 102 時間の約3倍の範囲
- 103 システム適合性
- 104 検出の確認：標準溶液5mLを正確に量り、水/pH6.0の
- 105 0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノール混液(7:7:6)
- 106 を加えて正確に50mLとする。この液10 $\mu$ Lから得た
- 107 レバミピドのピーク面積が標準溶液のレバミピドのピ
- 108 ーク面積の7~13%になることを確認する。
- 109 システムの性能：4-クロロ安息香酸20mgをメタノー
- 110 ルに溶かして50mLとする。この液及び試料溶液5mL
- 111 ずつをとり、水/pH6.0の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液
- 112 /メタノール混液(7:7:6)を加えて50mLとする。
- 113 この液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、レ
- 114 バミピド、4-クロロ安息香酸の順に溶出し、その分
- 115 離度は8以上である。
- 116 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 117 で試験を6回繰り返すとき、レバミピドのピーク面積
- 118 の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 119 (5) 残留溶媒 別に規定する。
- 120 乾燥減量 (2.41) 3.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。
- 121 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。
- 122 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、*N,N*-ジメ
- 123 チルホルムアミド60mLに溶かし、0.1mol/L水酸化カリウム
- 124 液で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノールレッド試液2滴)。
- 125 ただし、終点は液の微黄色が無色になるときとする。同様
- 126 の方法で空試験を行い、補正する。
- 127 0.1mol/L水酸化カリウム液1mL=37.08mg C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>
- 128 貯法
- 129 保存条件 遮光して保存する。
- 130 容器 密閉容器。

## 1 レバミピド錠

## 2 Rebamipide 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 レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: 370.79)を含む。

5 製法 本品は「レバミピド」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「レバミピド」

7 30mgに対応する量を取り、メタノール/アンモニア水(28)

8 混液(9:1)5mLを加えて10分間振り混ぜた後、遠心分離し、

9 上澄液を試料溶液とする。別に定量用レバミピド30mgをメ

10 タノール/アンモニア水(28)混液(9:1)5mLに溶かし、標準

11 溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー

12 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつ

13 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用い

14 て調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノ

15 ール/ギ酸混液(75:25:2)を展開溶媒として約10cm展開し

16 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照

17 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

18 得たスポットのR値は等しい。

19 製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと

20 き、適合する。

21 本品1個をとり、水10mLを加えて10分間よく振り混ぜた

22 後、内標準溶液10mLを正確に加え、N,N-ジメチルホルム

23 アミド10mLを加えて5分間よく振り混ぜた後、N,N-ジメ

24 チルホルムアミドを加えて50mLとする。この液を遠心分離

25 し、レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)3mgに対応する上澄液V mL

26 をとり、N,N-ジメチルホルムアミド20mLを加え、水を加

27 えて50mLとする。この液を孔径0.5μm以下のメンブランフ

28 ilterでろ過し、初めのろ液1mLを除き、次のろ液を試

29 料溶液とする。別に定量用レバミピドを105℃で2時間乾燥

30 し、その約0.1gを精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミド

31 に溶かし、内標準溶液10mLを正確に加え、N,N-ジメチル

32 ホルムアミドを加えて50mLとする。この液1.5mLをとり、

33 N,N-ジメチルホルムアミド20mLを加え、更に水を加えて

34 50mLとし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

35 レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

36  $=M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 2V$

37  $M_S$ : 定量用レバミピドの秤取量(mg)

38 内標準溶液 アセトアニリドのN,N-ジメチルホルムアミ

39 ド溶液(1→150)

40 溶出性 (6.10) 試験液に薄めたpH6.0のリン酸水素二ナトリ

41 ウム・クエン酸緩衝液(1→4)900mLを用い、パドル法によ

42 り、毎分50回転で試験を行うとき、本品の60分間の溶出率

43 は75%以上である。

44 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液

45 20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルタ

46 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを

47 正確に量り、表示量に従い1mL中にレバミピド

48 (C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約22μgを含む液となるように試験液を加え

49 て正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用レバミ

50 ピドを105℃で2時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、

51 N,N-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に25mLとする。

52 この液2mLを正確に量り、試験液を加え、正確に200mLと  
53 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液  
54 を対照液として紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を  
55 行い、波長326nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

56 レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

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

58  $M_S$ : 定量用レバミピドの秤取量(mg)

59  $C$ : 錠中のレバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

60 定量法 本品10個をとり、内標準溶液V/5mLを正確に加え、

61 更にN,N-ジメチルホルムアミド50mLを加え、超音波処理

62 により崩壊させる。この液を5分間振り混ぜた後、1mL中に

63 レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)約10mgを含む液となるように

64 N,N-ジメチルホルムアミドを加えてV mLとする。この液

65 を遠心分離した後、上澄液5mLをとり、N,N-ジメチルホル

66 ムアミドを加えて50mLとする。更にこの液2mLをとり、

67 N,N-ジメチルホルムアミド20mLを加え、水を加えて

68 50mLとする。必要ならば孔径0.5μm以下のメンブランフ

69 ilterでろ過し、試料溶液とする。別に定量用レバミピドを

70 105℃で2時間乾燥し、その約0.1gを精密に量り、N,N-ジ

71 メチルホルムアミドに溶かし、内標準溶液2mLを正確に加

72 えて、N,N-ジメチルホルムアミドを加えて100mLとする。

73 この液2mLをとり、N,N-ジメチルホルムアミド20mLを加

74 え、更に水を加えて50mLとし、標準溶液とする。試料溶液

75 及び標準溶液20μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ

76 ィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に

77 対するレバミピドのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

78 レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)の量(mg)

79  $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

80  $M_S$ : 定量用レバミピドの秤取量(mg)

81 内標準溶液 アセトアニリドのN,N-ジメチルホルムアミ

82 ド溶液(1→20)

83 試験条件

84 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254nm)

85 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm

86 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

87 リカゲルを充てんする。

88 カラム温度: 25℃付近の一定温度

89 移動相: pH6.2のリン酸塩緩衝液300mLに水750mLを

90 加えた液830mLをとり、アセトニトリル170mLを加

91 える。

92 流量: レバミピドの保持時間が約20分になるように調

93 整する。

94 システム適合性

95 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で

96 操作するとき、内標準物質、レバミピドの順に溶出し、

97 その分離度は8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、内標準物質のピーク面積

100 に対するレバミピドのピーク面積の比の相対標準偏差

101 は1.0%以下である。

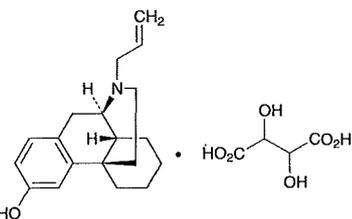
102 貯法 容器 密閉容器。

1 レバロルフアン酒石酸塩

1 レバロルフアン酒石酸塩

2 Levallorphan Tartrate

3 酒石酸レバロルフアン



5  $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$  : 433.49

6 17-Allylmorphinan-3-ol monotartrate

7 [71-82-9]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、レバロルフアン酒石  
9 酸塩( $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$ )98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

11 本品は水又は酢酸(100)にやや溶けやすく、エタノール  
12 (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  
13 い。

14 確認試験

15 (1) 本品の0.01mol/L塩酸試液溶液(1→10000)につき、紫  
16 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
17 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
18 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
19 認める。

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

24 (3) 本品の水溶液(1→30)は酒石酸塩の定性反応(1.09)の  
25 (1)及び(2)を呈する。

26 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -37.0~-39.2°(乾燥後, 0.2g, 水,  
27 10mL, 100mm)。

28 pH(2.54) 本品0.2gを水20mLに溶かした液のpHは3.3~  
29 3.8である。

30 融点(2.60) 174~178°C

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品0.2gを水10mLに溶かすとき、液は無色澄  
33 明である。

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

37 (3) 類縁物質 本品0.20gを水10mLに溶かし、試料溶液  
38 とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に  
39 100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク  
40 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び  
41 標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル  
42 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/  
43 アンモニア試液混液(200:3)を展開溶媒として約10cm展開  
44 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  
45 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

46 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。

47 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 酸化リン(V), 80°C,  
48 4時間)。

49 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸  
51 (100)30mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する  
52 (指示薬: クリスタルバイオレット試液2滴)。同様の方法で  
53 空試験を行い、補正する。

54 0.1mol/L過塩素酸1mL=43.35mg  $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$

55 貯法 容器 密閉容器。

# 1 レバルロファン酒石酸塩注射液

## 1 レバルロファン酒石酸塩注射液

2 Levallorphan Tartrate Injection

3 酒石酸レバルロファン注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
6 レバルロファン酒石酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>NO・C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>：433.49)を含  
7 む。

8 製法 本品は「レバルロファン酒石酸塩」をとり、注射剤の製  
9 法により製する。

10 性状 本品は無色澄明の液である。

11 pH：3.0～4.5

12 確認試験 本品の表示量に従い「レバルロファン酒石酸塩」  
13 3mgに対応する容量を正確に量り、水5mL及び希塩酸2滴を  
14 加え、ジエチルエーテル15mLずつで5回激しく振り混ぜて  
15 洗う。水層をとり、水浴上で加温して残存するジエチルエー  
16 テルを蒸発し、冷後、0.01mol/L塩酸試液を加えて50mLと  
17 した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
18 ペクトルを測定するとき、波長277～281nmに吸収の極大を  
19 示す。

20 エンドトキシン(4.01) 150EU/mg未満。

21 採取容量(6.05) 試験を行うとき、適合する。

22 不溶性異物(6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

23 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

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

26 定量法 本品のレバルロファン酒石酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>NO・C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)  
27 約2mgに対応する容量を正確に量り、内標準溶液10mLを正  
28 確に加え、試料溶液とする。別に定量用酒石酸レバルロファ  
29 ンを80℃で4時間減圧乾燥(酸化リン(V))し、その約0.1gを精  
30 密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mL  
31 を正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、標準溶液と  
32 する。試料溶液及び標準溶液10μLにつき、次の条件で液体  
33 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
34 のピーク面積に対するレバルロファンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>  
35 及びQ<sub>S</sub>を求める。

36 レバルロファン酒石酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>NO・C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>)の量(mg)

$$37 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 50$$

38 M<sub>S</sub>：定量用酒石酸レバルロファンの秤取量(mg)

39 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチル0.04gをエタ  
40 ノール(95)10mLに溶かし、水を加えて100mLとする。

41 この液10mLに水を加えて100mLとする。

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280nm)

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

47 カラム温度：40℃付近の一定温度

48 移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを薄めたリン酸(1  
49 →1000)500mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を滴  
50 加してpH3.0に調整する。この液300mLにアセトニ  
51 トリル200mLを加える。

52 流量：レバルロファンの保持時間が約12分になるよう  
53 に調整する。

54 システム適合性

55 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
56 操作するとき、内標準物質、レバルロファンの順に溶  
57 出し、その分離度は5以上である。

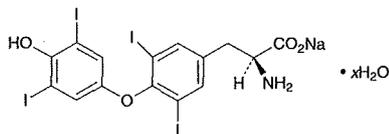
58 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
59 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
60 に対するレバルロファンのピーク面積の比の相対標準  
61 偏差は1.0%以下である。

62 貯法 容器 密封容器。

## 1 レボチロキシシンナトリウム水和物

2 Levothyroxine Sodium Hydrate

3 レボチロキシシンナトリウム

4  $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$ 5 Monosodium *O*-(4-hydroxy-3,5-diiodophenyl)-3,5-diiodo-

6 L-tyrosinate hydrate

7 [25416-65-3]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、レボチロキ  
10 シンナトリウム( $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ : 798.85)97.0%以上を含む。

11 性状 本品は微黄白色～淡黄褐色の粉末で、においはない。

12 本品はエタノール(95)に溶けにくく、水又はジエチルエー  
13 テルにほとんど溶けない。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

15 本品は光によって徐々に着色する。

## 16 確認試験

17 (1) 本品0.1gを直火で加熱するとき、紫色のガスを発生す  
18 る。19 (2) 本品0.5mgに水/エタノール(95)/塩酸/水酸化ナト  
20 リウム試液混液(6:5:2:2)8mLを加え、水浴中で2分間加  
21 温した後、冷却し、亜硝酸ナトリウム試液0.1mLを加え、暗  
22 所に20分間放置する。この液にアンモニア水(28)1.5mLを加  
23 えるとき、液は帯黄赤色を呈する。24 (3) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→10000)につ  
25 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを  
26 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  
27 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  
28 の吸収を認める。29 (4) 本品を硫酸で湿らせ灰化して得られる残留物は、ナト  
30 リウム塩の定性反応(1.09)の(1)及び(2)を呈する。31 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$ : -5~-6°(乾燥物に換算したもの  
32 0.3g, エタノール(95)/水酸化ナトリウム試液混液(2:1),  
33 10mL, 100mm)。

## 34 純度試験

35 (1) 溶状 本品0.3gをエタノール(95)/水酸化ナトリウム  
36 試液混液(2:1)10mLに加温して溶かすとき、液は微黄色～  
37 微黄褐色澄明である。38 (2) 可溶性ハロゲン化物 本品0.01gに水10mL及び希硝  
39 酸1滴を加え、5分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水を  
40 加えて10mLとし、硝酸銀試液3滴を加え、混和するとき、  
41 液の混濁は次の比較液より濃くない。42 比較液: 0.01mol/L塩酸0.20mLに水10mL及び希硝酸1滴  
43 を加え、以下同様に操作する。44 (3) 類縁物質 本品20mgをエタノール(95)/アンモニア  
45 水(28)混液(14:1)2mLに溶かし、試料溶液とする。この液  
46 1mLを正確に量り、エタノール(95)/アンモニア水(28)混液  
47 (14:1)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。これ

48 らの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験  
49 を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラ  
50 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。  
51 次に $t$ -ブチルアルコール/ $t$ -アミルアルコール/水/アン  
52 モニア水(28)/2-ブタノン混液(59:32:17:15:7)を展  
53 開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
54 にニンヒドリン0.3gを1-ブタノール/酢酸(100)混液(97:  
55 3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し、100°Cで3分間加熱  
56 するとき、試料溶液から得た主スポット以外の赤紫色のスポ  
57 ットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

58 乾燥減量(2.41) 7~11%(0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C,  
59 4時間)。60 定量法 本品約25mgを精密に量り、水酸化ナトリウム溶液(1  
61 →100)10mL及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液(1  
62 →100)1mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法  
63 (1.06)により検液を調製する。装置のAの上部に少量の水  
64 を入れ、注意してCをとり、水40mLでC, B及びAの内壁を  
65 洗い込む。この液に臭素・酢酸試液1mLを加え、栓Cを施し、  
66 1分間激しく振り混ぜる。水40mLでC, B及びAの内壁を洗  
67 い込み、ギ酸0.5mLを加え再び栓Cを施し、1分間激しく振  
68 り混ぜ、水40mLでC, B及びAの内壁を洗い込む。Aに窒素  
69 を十分に吹き込み、酸素と過量の臭素を追いだし、ヨウ化カ  
70 リウム0.5gを加えて溶かし、直ちに希硫酸3mLを加えて振  
71 り混ぜ、2分間放置した後、0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム  
72 液で滴定(2.50)する(指示薬: デンブリン試液3mL)。同様の  
73 方法で空試験を行い、補正する。74 0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL  
75 =0.6657mg  $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ 

## 76 貯法

77 保存条件 遮光して保存する。

78 容器 気密容器。

## 1 レボチロキシナトリウム錠

## 2 Levothyroxine Sodium Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の90.0～110.0%に対応する  
4 レボチロキシナトリウム( $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$  : 798.85)を含む。  
5 製法 本品は「レボチロキシナトリウム水和物」をとり、錠  
6 剤の製法により製する。

## 7 確認試験

8 (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「レボチロキシナト  
9 リウム水和物」0.5mgに対応する量を取り、水/エタノール  
10 (95)/塩酸/水酸化ナトリウム試液混液(6 : 5 : 2 : 2)8mLを  
11 加え、水浴中で2分間加温し、冷後、ろ過する。ろ液に亜硝  
12 酸ナトリウム試液0.1mLを加え、暗所に20分間放置する。  
13 この液にアンモニア水(28)1.5mLを加えるとき、液は帯黄赤  
14 色を呈する。

15 (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「レボチロキシナト  
16 リウム水和物」1mgに対応する量を取り、エタノール  
17 (95)10mLを加えて振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。  
18 別に薄層クロマトグラフィー用レボチロキシナトリウム  
19 0.01gをエタノール(95)100mLに溶かし、標準溶液とする。  
20 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により  
21 試験を行う。試料溶液及び標準溶液20 $\mu$ Lずつを薄層クロ  
22 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  
23 トする。次に $t$ -ブチルアルコール/ $t$ -アミルアルコール/  
24 水/アンモニア水(28)/2-ブタノン混液(59 : 32 : 17 :  
25 15 : 7)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾  
26 する。これにニンヒドリン0.3gを1-ブタノール/酢酸(100)  
27 混液(97 : 3)100mLに溶かした液を均等に噴霧し、100℃で3  
28 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  
29 は、赤紫色を呈し、それらの $R_f$ 値は等しい。

30 純度試験 可溶性ハロゲン化物 本品を粉末とし、表示量に従  
31 い「レボチロキシナトリウム水和物」2.5mgに対応する量  
32 をとり、水25mLを加えて40℃に加温した後、5分間振り混  
33 ぜ、希硝酸3滴を加え、ろ過する。ろ液に硝酸銀試液3滴を  
34 加え、混和するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

35 比較液 : 0.01mol/L塩酸0.25mLに水25mL及び希硝酸3滴  
36 を加え、以下同様に操作する。

37 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  
38 する。

39 本品1個を共栓遠心沈殿管にとり、0.01mol/L水酸化ナト  
40 リウム試液10mLを正確に加え、50℃で15分間加温した後、  
41 20分間激しく振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液  
42 5mLを正確に量り、内標準溶液1mLを正確に加え、試料溶  
43 液とする。試料溶液20 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマト  
44 グラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク  
45 面積に対するレボチロキシンのピーク面積の比を求める。試  
46 料10個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき、  
47 その値と個々のピーク面積の比との偏差(%)が15%以内のと  
48 きは適合とする。また、偏差(%)が15%を超え、25%以内の  
49 ものが1個のときは、新たに試料20個をとって試験を行う。  
50 2回の試験の合計30個の平均値と個々のピーク面積の比との  
51 偏差(%)を計算するとき、15%を超え、25%以内のものが1  
52 個以下で、かつ25%を超えるものがないときは適合とする。

53 内標準溶液 エチニルエストラジオールのアセトニトリル  
54 /薄めたリン酸(1→10)混液(9 : 1)溶液(3→40000)

## 55 操作条件

56 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220～230nmの一  
57 定波長)

58 カラム : 内径4～6mm、長さ10～25cmのステンレス管  
59 に5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシ  
60 リル化シリカゲルを充てんする。

61 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

62 移動相 : メタノール/水/リン酸混液(1340 : 660 : 1)

63 流量 : レボチロキシンの保持時間が約9分になるように  
64 調整する。

65 カラムの選定 : レボチロキシナトリウムの0.01mol/L  
66 水酸化ナトリウム試液溶液(1→200000)5mLに内標準  
67 溶液1mLを加える。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
68 で操作するとき、レボチロキシン、内標準物質の順に  
69 溶出し、その分離度が2.0以上のものを用いる。

70 溶出性 別に規定する。

71 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
72 とする。レボチロキシナトリウム( $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ )約3mg  
73 に対応する量を精密に量り、るつぼに入れ、秤取量の2倍量  
74 の炭酸カリウムを加えてよく混ぜる。ただし、秤取量が4g  
75 以下の場合は炭酸カリウム8gを加えてよく混ぜる。次に  
76 りつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし、その上部に更  
77 に炭酸カリウム10gを加え、再びたたいて密にする。これを  
78 675～700℃で25分間強熱し、冷後、水30mLを加え、穏や  
79 かに煮沸した後、フラスコにろ過する。残留物に水30mLを  
80 加えて煮沸し、前のフラスコにろ過し、次にるつぼ及び漏斗  
81 上の炭化物をろ液の全量が300mLとなるまで熱湯で洗い込  
82 む。この液に新たに製した臭素試液7mL及び薄めたリン酸  
83 (1→2)を炭酸カリウム1gにつき3.5mLの割合で徐々に加えた  
84 後、発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変  
85 しなくなるまで煮沸し、フラスコの内壁を水で洗い、更に5  
86 分間煮沸を続ける。煮沸時には、しばしば水を補い、液量が  
87 少なくとも250mLに保つようにする。冷後、フェノール溶  
88 液(1→20)5mLを加え、再びフラスコの内壁を水で洗い込み、  
89 5分間放置した後、これに薄めたリン酸(1→2)2mL及びヨウ  
90 化カリウム試液5mLを加え、直ちに遊離したヨウ素を  
91 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示  
92 薬 : デンプン試液3mL)。同様の方法で空試験を行い、補正  
93 する。

94 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1mL  
95 =0.3329mg  $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

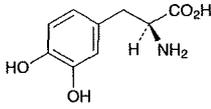
## 96 貯法

97 保存条件 遮光して保存する。

98 容器 気密容器。

## 1 レボドパ

2 Levodopa



3

4  $C_9H_{11}NO_4$  : 197.19

5 3-Hydroxy-L-tyrosine

6 [59-92-7]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、レボドパ  
8 ( $C_9H_{11}NO_4$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶又は結  
10 晶性の粉末で、においはない。

11 本品はギ酸に溶けやすく、水に溶けにくく、エタノール  
12 (95)にほとんど溶けない。

13 本品は希塩酸に溶ける。

14 本品の飽和水溶液のpHは5.0~6.5である。

15 融点：約275°C(分解)。

## 16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→1000)5mLにニンヒドリン試液1mL  
18 を加え、水浴中で3分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

19 (2) 本品の水溶液(1→5000)2mLに4-アミノアンチピリ  
20 ン試液10mLを加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈する。

21 (3) 本品3mgを0.001mol/L塩酸試液に溶かし、100mLと  
22 した液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
23 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  
24 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  
25 同様の強度の吸収を認める。

26 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1cm}$ (280nm) : 136~146(乾燥後, 30mg,  
27 0.001mol/L塩酸試液, 1000mL)。

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -11.5~-13.0°(乾燥後, 2.5g,  
29 1mol/L塩酸試液, 50mL, 100mm)。

## 30 純度試験

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

33 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gを希硝酸6mLに溶かし、水  
34 を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較  
35 液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以下)。

36 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.40gを希塩酸1mL及び水30mL  
37 に溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験  
38 を行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.25mLを加える  
39 (0.030%以下)。

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

43 (5) ヒ素(1.11) 本品1.0gを希塩酸5mLに溶かし、これ  
44 を検液とし、試験を行う(2ppm以下)。

45 (6) 類縁物質 本品0.10gを二重硫酸ナトリウム試液  
46 10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、  
47 二重硫酸ナトリウム試液を加えて正確に25mLとする。この  
48 液1mLを正確に量り、二重硫酸ナトリウム試液を加えて正

49 確に20mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層  
50 クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及  
51 び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース  
52 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  
53 ル/水/酢酸(100)/メタノール混液(10 : 5 : 5 : 1)を展開溶  
54 媒として、約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに  
55 ニンヒドリンのアセトン溶液(1→50)を均等に噴霧した後、  
56 90°Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット  
57 以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。  
58 乾燥減量(2.41) 0.30%以下(1g, 105°C, 3時間)。

59 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

60 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、ギ酸3mL  
61 に溶かし、酢酸(100)80mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
62 定(2.50)する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)。  
63 ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わる  
64 ときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

65 0.1mol/L過塩素酸1mL=19.72mg  $C_9H_{11}NO_4$

## 66 貯法

67 保存条件 遮光して保存する。

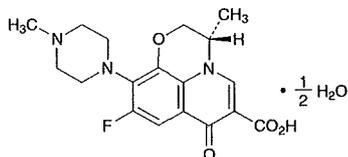
68 容器 気密容器。

1 レボフロキサシン水和物

1 レボフロキサシン水和物

2 Levofloxacin Hydrate

3 レボフロキサシン



4  
5  $C_{18}H_{20}FN_3O_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$  : 370.38

6 (3S)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-1-yl)-

7 7-oxo-2,3-dihydro-7H-pyrido[1,2,3-de][1,4]benzoxazine-

8 6-carboxylic acid hemihydrate

9 [138199-71-0]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、レボフロキ  
11 サシン( $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  : 361.37)99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は淡黄白色~黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。  
13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、水又はメタノールにやや  
14 溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

15 本品は0.1mol/L塩酸試液に溶ける。

16 本品は光によって徐々に暗淡黄白色になる。

17 融点 : 約226°C(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品の0.1mol/L塩酸試液溶液(1→150000)につき、紫  
20 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
21 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
22 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
23 認める。

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

28 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -92~-99°(脱水物に換算したもの  
29 0.1g, メタノール, 10mL, 100mm)。

30 純度試験

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

34 (2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品  
35 50mgを水/メタノール混液(1:1)10mLに溶かし、試料溶液  
36 とする。この液1mLを正確に量り、水/メタノール混液  
37 (1:1)を加えて正確に10mLとする。更にこの液1mLを正確  
38 に量り、水/メタノール混液(1:1)を加えて正確に10mLと  
39 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正  
40 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
41 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  
42 法により測定するとき、試料溶液のレボフロキサシンに対す  
43 る相対保持時間約1.2のピークの面積は、標準溶液のレボフ  
44 ロキサシンのピーク面積の2/5より大きくなく、試料溶液  
45 のレボフロキサシン及びレボフロキサシンに対する相対保持  
46 時間約1.2のピーク以外のピークの面積は、標準溶液のレボ  
47 フロキサシンのピーク面積の1/5より大きくない。また、

48 試料溶液のレボフロキサシン及びレボフロキサシンに対する  
49 相対保持時間約1.2のピーク以外のピークの合計面積は、標  
50 準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の3/10より大きく  
51 ない。

52 試験条件

53 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 340nm)

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

57 カラム温度 : 45°C付近の一定温度

58 移動相 : L-バリン1.76g, 酢酸アンモニウム7.71g及び  
59 硫酸銅(II)五水和物1.25gを水に溶かし、1000mLとし  
60 た液にメタノール250mLを加える。

61 流量 : レボフロキサシンの保持時間が約22分になるよ  
62 うに調整する。

63 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からレボフロキサシン  
64 の保持時間の約2倍の範囲

65 システム適合性

66 検出の確認 : 標準溶液1mLを正確に量り、水/メタノ  
67 ール混液(1:1)を加えて正確に20mLとする。この液  
68 10 $\mu$ Lから得たレボフロキサシンのピーク面積が、標  
69 準溶液のレボフロキサシンのピーク面積の4~6%に  
70 なることを確認する。

71 システムの性能 : オフロキサシン10mgを水/メタノ  
72 ール混液(1:1)20mLに溶かす。この液1mLを量り、水  
73 /メタノール混液(1:1)を加えて10mLとする。この  
74 液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、レボフ  
75 ロキサシンとレボフロキサシンに対する相対保持時間  
76 約1.2のピークの分離度は3以上である。

77 システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
78 で試験を6回繰り返すとき、レボフロキサシンのピー  
79 ク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

80 (3) 残留溶媒 別に規定する。

81 水分(2.48) 2.1~2.7%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

82 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

83 定量法 本品約0.3gを精密に量り、酢酸(100)100mLに溶かし、  
84 0.1mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の  
85 方法で空試験を行い、補正する。

86 0.1mol/L過塩素酸1mL=36.14mg  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$

87 貯法

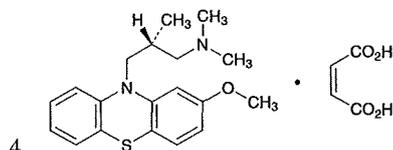
88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 気密容器。

1 レボメプロマジンマレイン酸塩

1 レボメプロマジンマレイン酸塩

- 2 Levomepromazine Maleate  
3 マレイン酸レボメプロマジン



- 5  $C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$  : 444.54  
6 (2*R*)-3-(2-Methoxy-10*H*-phenothiazin-10-yl)-  
7 *N,N,N*,2-trimethylpropylamine monomaleate  
8 [7104-38-3]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、レボメプロマジンマ  
10 レイン酸塩( $C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$ )98.0%以上を含む。

11 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、  
12 味はわずかに苦い。

13 本品は酢酸(100)に溶けやすく、クロロホルムにやや溶け  
14 やすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)又は  
15 アセトンに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエ  
16 ーテルにほとんど溶けない。

17 融点：184~190°C(分解)。

18 確認試験

19 (1) 本品5mgを硫酸5mLに溶かすとき、液は赤紫色を呈  
20 し、徐々に濃赤紫色となる。この液に二クロム酸カリウム試  
21 液1滴を加えるとき、液は帯褐黄赤色を呈する。

22 (2) 本品0.2gに水酸化ナトリウム試液5mL及びジエチル  
23 エーテル20mLを加え、よく振り混ぜた後、ジエチルエーテ  
24 ル層をとり、水10mLずつで2回洗い、無水硫酸ナトリウム  
25 0.5gを加えた後、ろ過し、水浴上でジエチルエーテルを蒸発  
26 し、105°Cで2時間乾燥するとき、その融点 (2.60) は124~  
27 128°Cである。

28 (3) 本品0.5gに水5mL及びアンモニア水(28)2mLを加え、  
29 クロロホルム5mLずつで3回抽出し、水層を分取し、蒸発乾  
30 固した後、残留物に希硫酸2~3滴及び水5mLを加え、ジエ  
31 チルエーテル25mLずつで4回抽出する。全ジエチルエーテ  
32 ル抽出液を合わせ、約35°Cの水浴中で空気を送りながらジ  
33 エチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点 (2.60) は128~  
34 136°Cである。

35 旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -13.5~-16.5°(乾燥後, 0.5g, クロ  
36 ロホルム, 20mL, 200mm)。

37 純度試験

38 (1) 溶状 本品0.5gをメタノール10mLに加温して溶かす  
39 とき、液は無色~微黄色澄明である。

40 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5gをメタノール40mLに溶かし、  
41 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
42 試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.40mLにメタノール  
43 40mL, 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする(0.028%以  
44 下)。

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

48 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(2g, 105°C, 3時間)。

49 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1g)。

50 定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、酢酸  
51 (100)40mL及び非水滴定用アセトン20mLに溶かし、  
52 0.1mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(指示薬：プロモクレゾ  
53 ールグリーン・クリスタルバイオレット試液5滴)。ただし、滴  
54 定の終点は液の赤紫色が青紫色を経て青色に変わるときとす  
55 る。同様の方法で空試験を行い、補正する。

56 0.1mol/L過塩素酸1mL=44.45mg  $C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$

57 貯法

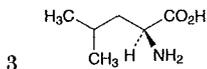
58 保存条件 遮光して保存する。

59 容器 気密容器。

1 L-ロイシン

1 L-ロイシン

2 L-Leucine



4  $C_6H_{13}NO_2$  : 131.17

5 (2S)-2-Amino-4-methylpentanoic acid

6 [61-90-5]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、L-ロイシン  
8 ( $C_6H_{13}NO_2$ )98.5%以上を含む。

9 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、  
10 又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

11 本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

12 本品は希塩酸に溶ける。

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

18 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +14.5~+16.0°(乾燥後, 1g,  
19 6mol/L塩酸試液, 25mL, 100mm)。

20 pH(2.54) 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは5.5~  
21 6.5である。

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品0.5gを1mol/L塩酸試液10mLに溶かすとき、  
24 液は無色澄明である。

25 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5gを水40mL及び希硝酸6mLに  
26 溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
27 行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを加える(0.021%以  
28 下)。

29 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.6gを水40mL及び希塩酸1mLに  
30 溶かし、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を  
31 行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.028%  
32 以下)。

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

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

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

40 (7) 類縁物質 本品0.10gをとり、水を加え、加温して溶  
41 かし、冷後、水を加えて25mLとし、試料溶液とする。この  
42 液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この  
43 液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶  
44 液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー  
45 (2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつ  
46 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄  
47 層板にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混  
48 液(3:1:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を  
49 80°Cで30分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶

液(1→50)を均等に噴霧した後、80°Cで5分間加熱するとき、  
51 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  
52 ら得たスポットより濃くない。

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

54 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

55 定量法 本品を乾燥し、その約0.13gを精密に量り、ギ酸3mL  
56 に溶かし、酢酸(100)50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴  
57 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、  
58 補正する。

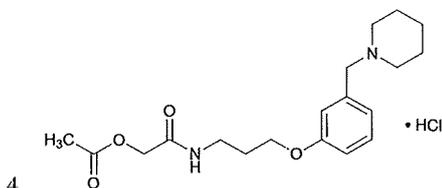
59 0.1mol/L過塩素酸1mL=13.12mg  $C_6H_{13}NO_2$

60 貯法 容器 密閉容器。

1 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

2 Roxatidine Acetate Hydrochloride

3 塩酸ロキサチジンアセタート



5  $C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$  : 384.90

6 (3-{3-[(Piperidin-  
7 1-yl)methyl]phenoxy}propylcarbamoyl)methyl  
8 acetate monohydrochloride  
9 [93793-83-0]

10 本品を乾燥したものは定量するとき、ロキサチジン酢酸エ  
11 ステル塩酸塩( $C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$ )99.0~101.0%を含む。

12 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

15 確認試験

16 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→10000)につき、紫外  
17 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
18 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン  
19 酢酸エステル塩酸塩標準品について同様に操作して得られた  
20 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長の  
21 ところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩  
23 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
24 品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標  
25 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  
26 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を  
28 呈する。

29 pH(2.54) 本品1.0gを水20mLに溶かした液のpHは4.0~  
30 6.0である。

31 融点(2.60) 147~151°C(乾燥後)。

32 純度試験

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

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

38 (3) 類縁物質 本品50mgをエタノール(99.5)10mLに溶か  
39 し、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノー  
40 ル(99.5)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料  
41 溶液及び標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体  
42 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
43 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  
44 料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピークの面積は、  
45 標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の1/5  
46 より大きくない。また、試料溶液のロキサチジン酢酸エス

47 ル以外のピークの合計面積は、標準溶液のロキサチジン酢酸  
48 エステルのピーク面積の1/2より大きくない。

49 試験条件

50 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

51 カラム：内径4mm、長さ25cmのステンレス管に5μmの  
52 液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シ  
53 リカゲルを充てんする。

54 カラム温度：35°C付近の一定温度

55 移動相：ヘキサン/エタノール(99.5)/トリエチルアミ  
56 ン/酢酸(100)混液(384：16：2：1)

57 流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約10分  
58 になるように調整する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキサチジン酢酸  
60 エステルの保持時間の約1.5倍の範囲

61 システム適合性

62 検出の確認：標準溶液5mLを量り、エタノール(99.5)を  
63 加えて10mLとし、システム適合性試験用溶液とする。  
64 システム適合性試験用溶液1mLを正確に量り、エタ  
65 ノール(99.5)を加えて正確に10mLとする。この液  
66 10μLから得たロキサチジン酢酸エステルのピーク面  
67 積が、システム適合性試験用溶液のロキサチジン酢酸  
68 エステルのピーク面積の7~13%になることを確認す  
69 る。

70 システムの性能：塩酸ロキサチジンアセタート50mg及  
71 び安息香酸10mgをエタノール(99.5)25mLに溶かす。  
72 この液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、安  
73 息香酸、ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し、そ  
74 の分離度は10以上である。

75 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
76 で試験を6回繰り返すとき、ロキサチジン酢酸エステ  
77 ルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

78 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(1g、減圧、酸化リン(V)、4時間)。

79 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

80 定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、酢酸  
81 (100)5mLに溶かし、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩  
82 素酸で適定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験  
83 を行い、補正する。

84 0.1mol/L過塩素酸1mL=38.49mg  $C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$

85 貯法 容器 気密容器。

1 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カ  
2 プセル

3 Roxatidine Acetate Hydrochloride Extended-release  
4 Capsules  
5 塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル

6 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する  
7 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl：  
8 384.90)を含む。

9 製法 本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり、カ  
10 プセル剤の製法により製する。

11 確認試験 定量法で得たる液1mLに、エタノール(99.5)を加え  
12 て20mLとし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
13 クトルを測定するとき、波長275～278nm及び282～285nm  
14 に吸収の極大を示す。

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

17 本品1個をとり、内容物を取り出し、1mL中にロキサチジ  
18 ン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)約2.5mgを含む液  
19 となるようにエタノール(99.5)V mLを正確に加え、超音波  
20 を用いて粒子を小さく分散させた後、孔径1.0μm以下のメン  
21 ブランフィルターでろ過する。ろ液8mLを正確に量り、内  
22 標準溶液2mLを正確に加えて混和し、試料溶液とする。以  
23 下定量法を準用する。

24 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の量  
25 (mg)

$$26 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$$

27 M<sub>S</sub>：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量  
28 (mg)

29 内標準溶液 安息香酸のエタノール(99.5)溶液(1→500)

30 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、  
31 シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験を行うとき、  
32 37.5mgカプセルの45分間、90分間及び8時間の溶出率はそ  
33 れぞれ10～40%、35～65%及び70%以上であり、75mgカ  
34 プセルの60分間、90分間及び8時間の溶出率はそれぞれ20～  
35 50%、35～65%及び70%以上である。

36 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間にそれぞ  
37 れ溶出液20mLを正確にとり、直ちに37±0.5℃に加温した  
38 水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径0.45μm以下  
39 のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除  
40 き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にロ  
41 キサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)約42μg  
42 を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし、  
43 試料溶液とする。別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準  
44 品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その  
45 約21mgを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。  
46 この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標  
47 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μLずつを正確にと  
48 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験  
49 を行い、それぞれの液のロキサチジン酢酸エステルのピーク  
50 面積A<sub>T</sub>(n)及びA<sub>S</sub>を測定する。

51 n回目の溶出液採取時におけるロキサチジン酢酸エステル塩  
52 酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の表示量に対する溶出率(%)(n=1,  
53 2, 3)

$$54 = M_S \times \left\{ \frac{A_T(n)}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_T(i)}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

55 M<sub>S</sub>：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量  
56 (mg)

57 C：1カプセル中のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩  
58 (C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の表示量(mg)

59 試験条件

60 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

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

64 カラム温度：40℃付近の一定温度

65 移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン/酢酸  
66 (100)混液(340：60：2：1)

67 流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約5分に  
68 なるように調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能：標準溶液100μLにつき、上記の条件で  
71 操作するとき、ロキサチジン酢酸エステルのピークの  
72 理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段  
73 以上、2.0以下である。

74 システムの再現性：標準溶液100μLにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、ロキサチジン酢酸エステ  
76 ルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

77 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量  
78 を精密に量り、粉末とする。ロキサチジン酢酸エステル塩酸  
79 塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)約75mgに対応する量を精密に量り、  
80 エタノール(99.5)30mLを正確に加えて振り混ぜた後、孔径  
81 1.0μm以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液8mL  
82 を正確に量り、内標準溶液2mLを正確に加えて混和し、試  
83 料溶液とする。別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品  
84 をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約  
85 50mgを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし正確に20mL  
86 とする。この液8mLを正確に量り、内標準溶液2mLを正確  
87 に加えて混和し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  
88 10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に  
89 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するロキサチ  
90 ジン酢酸エステルのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求めらる。

91 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の量  
92 (mg)

$$93 = M_S \times Q_T / Q_S \times 3 / 2$$

94 M<sub>S</sub>：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量  
95 (mg)

96 内標準溶液 安息香酸のエタノール(99.5)溶液(1→500)

97 試験条件

98 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：274nm)

99 カラム：内径4.0mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
100 の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化

## 2 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル

- 101 シリカゲルを充てんする。  
102 カラム温度：35℃付近の一定温度  
103 移動相：ヘキサン／エタノール(99.5)／トリエチルアミ  
104 ン／酢酸(100)混液(384：16：2：1)  
105 流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約10分  
106 になるように調整する。  
107 システム適合性  
108 システムの性能：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
109 操作するとき、内標準物質、ロキサチジン酢酸エステ  
110 ルの順に溶出し、その分離度は10以上である。  
111 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件  
112 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
113 に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比  
114 の相対標準偏差は1.0%以下である。  
115 貯法 容器 気密容器。

1 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放錠

2 Roxatidine Acetate Hydrochloride Extended-release Tablets  
3 塩酸ロキサチジンアセタート徐放錠

4 本品は定量するとき、表示量の93.0~107.0%に対応する  
5 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl :  
6 384.90)を含む。

7 製法 本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり、錠  
8 剤の製法により製する。

9 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ロキサチジン酢酸  
10 エステル塩酸塩」37.5mgに対応する量を取り、エタノール  
11 (99.5)40mLを加え、時々振り混ぜながら10分間超音波処理  
12 を行う。更によく振り混ぜた後、エタノール(99.5)を加えて  
13 50mLとする。この液をろ過し、ろ液4mLにエタノール  
14 (99.5)を加えて25mLとした液につき、紫外可視吸光度測定  
15 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長274~  
16 278nm及び281~285nmに吸収の極大を示す。

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

19 本品1個をとり、水/トリエチルアミン/酢酸(100)混液  
20 (340:2:1)5mLを加え、時々振り混ぜながら5分間超音波  
21 処理を行い、アセトニトリル7.5mLを加え、5分間超音波処  
22 理を行う。更に水/トリエチルアミン/酢酸(100)混液  
23 (340:2:1)5mLを加え、5分間超音波処理を行い、よく振  
24 り混ぜた後、水/トリエチルアミン/酢酸(100)混液(340:  
25 2:1)を加えて正確に50mLとし、遠心分離後、上澄液をろ  
26 過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液のロキサチジン  
27 酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)6mgに対応する容量  
28 V mLを正確に量り、内標準溶液3mLを正確に加えた後、移  
29 動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準  
30 用する。

31 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の量  
32 (mg)

$$33 = M_S \times Q_T / Q_S \times 8 / V$$

34 M<sub>S</sub>: ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量  
35 (mg)

36 内標準溶液 安息香酸ナトリウムの移動相溶液(3→2000)

37 溶出性 別に規定する。

38 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
39 とする。ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・  
40 HCl)約37.5mgに対応する量を精密に量り、移動相40mLを  
41 加え、時々振り混ぜながら10分間超音波処理を行う。更に  
42 よく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に50mLとし、遠心  
43 分離後、上澄液をろ過する。初めのろ液10mLを除き、次の  
44 ろ液8mLを正確に量り、内標準溶液3mLを正確に加えた後、  
45 移動相を加えて20mLとし、試料溶液とする。別にロキサチ  
46 ジン酢酸エステル塩酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤とし  
47 て4時間減圧乾燥し、その約38mgを精密に量り、移動相に  
48 溶かし、正確に50mLとする。この液8mLを正確に量り、内  
49 標準溶液3mLを正確に加えた後、移動相を加えて20mLとし、  
50 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLにつき、次の  
51 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、

52 内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステル  
53 のピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

54 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の量  
55 (mg)

$$56 = M_S \times Q_T / Q_S$$

57 M<sub>S</sub>: ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量  
58 (mg)

59 内標準溶液 安息香酸ナトリウムの移動相溶液(3→2000)  
60 試験条件

61 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 274nm)

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

65 カラム温度: 40℃付近の一定温度

66 移動相: 水/アセトニトリル/トリエチルアミン/酢酸  
67 (100)混液(340:60:2:1)

68 流量: ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約8分に  
69 なるように調整する。

70 システム適合性

71 システムの性能: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
72 操作するとき、内標準物質、ロキサチジン酢酸エステ  
73 ルの順に溶出し、その分離度は10以上である。

74 システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件  
75 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
76 に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比  
77 の相対標準偏差は1.0%以下である。

78 貯法 容器 密閉容器。

1 注射用ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

1 注射用ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

2 Roxatidine Acetate Hydrochloride for Injection

3 注射用塩酸ロキサチジンアセタート

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する  
6 ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl :  
7 384.90)を含む。

8 製法 本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり、注  
9 射剤の製法により製する。

10 性状 本品は白色の塊又は粉末である。

11 確認試験 本品の表示量に従い「ロキサチジン酢酸エステル  
12 塩酸塩」75mgに対応する量を取り、エタノール(99.5)30mL  
13 を加えて振り混ぜた後、孔径0.45µm以下のメンブランフィ  
14 ルターでろ過する。ろ液1mLにエタノール(99.5)を加えて  
15 20mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により  
16 吸収スペクトルを測定するとき、波長275~279nm及び282  
17 ~286nmに吸収の極大を示す。

18 pH 別に規定する。

19 純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ロキサチジン酢酸エス  
20 テル塩酸塩」75mgに対応する量を生理食塩液20mLに溶か  
21 すとき、液は無色澄明である。

22 エンドトキシン(4.01) 4.0EU/mg未満。

23 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

24 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

25 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

26 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、  
27 適合する。

28 定量法 本品10個をとり、それぞれの内容物を水に溶かし、  
29 容器は水で洗い、洗液は先の液に合わせ、1mL中にロキサ  
30 チジン酢酸エステル塩酸塩(C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)約3.75mgを  
31 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  
32 5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液  
33 5mLを正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、試料溶  
34 液とする。別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品を酸  
35 化リン(V)を乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約20mgを  
36 精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mL  
37 を正確に量り、内標準溶液5mLを正確に加え、標準溶液と  
38 する。試料溶液及び標準溶液10µLにつき、次の条件で液体  
39 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質  
40 のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面  
41 積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

42 本品1個中のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

43 (C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>・HCl)の量(mg)

44 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × V / 50

45 M<sub>S</sub> : ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量  
46 (mg)

47 内標準溶液 グアニン20mgを2mol/L塩酸試液10mLに溶  
48 かし、水50mLを加えた後、水酸化ナトリウム溶液  
49 (1→25)20mL及び水を加えて100mLとする。この液  
50 10mLに水を加えて100mLとする。

51 試験条件

52 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 274nm)

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

56 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

57 移動相 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン/酢酸  
58 (100)混液(340 : 60 : 2 : 1)

59 流量 : ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約14分  
60 になるように調整する。

61 システム適合性

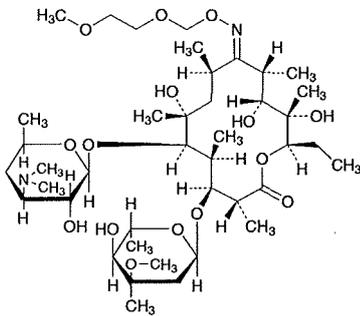
62 システムの性能 : 標準溶液10µLにつき、上記の条件で  
63 操作するとき、内標準物質、ロキサチジン酢酸エス  
64 テルの順に溶出し、その分離度は10以上である。

65 システムの再現性 : 標準溶液10µLにつき、上記の条件  
66 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
67 に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比  
68 の相対標準偏差は1.0%以下である。

69 貯法 容器 密封容器。

1 ロキシスロマイシン

2 Roxithromycin



3

4  $C_{41}H_{76}N_2O_{15}$  : 837.05

5 (2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,9*E*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-

6 5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-

7 hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-methyl-

8 α-L-ribo-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-9-

9 (2-methoxyethoxy)methoxyimino-2,4,6,8,10,12-

10 hexamethylpentadecan-13-olide

11 [80214-83-1]

12 本品は、エリスロマイシンの誘導体である。

13 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり970～  
14 1020μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ロキシスロ  
15 マイシン( $C_{41}H_{76}N_2O_{15}$ )としての量を質量(力価)で示す。

16 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

17 本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく、メタノ  
18 ールにやや溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けにくく、  
19 水にほとんど溶けない。

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

25 旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -93～-96°(脱水物に換算したもの  
26 0.5g, アセトン, 50mL, 100mm)。

27 純度試験

28 (1) 重金属(1.07) 本品2.0gをとり、第2法により操作し、  
29 試験を行う。比較液には、鉛標準液2.0mLを加える(10ppm  
30 以下)。

31 (2) 類縁物質 本品40mgを正確に量り、移動相Aに溶か  
32 して正確に10mLとし、試料溶液とする。別にロキシスロマ  
33 イシン標準品20mgを正確に量り、移動相Aに溶かし、正確  
34 に10mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相Aを加え  
35 正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶  
36 液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ  
37 ィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピー  
38 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のロキシ  
39 スロマイシンに対する相対保持時間約1.05のピークの面積は  
40 標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の2倍より大き  
41 くない。また、ロキシスロマイシン及びロキシスロマイシン  
42 に対する相対保持時間約1.05のピーク以外のピークの面積は、

43 標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積より大きくなく、  
44 試料溶液のロキシスロマイシン以外のピークの合計面積は、  
45 標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の6倍より大き  
46 くない。

47 試験条件

48 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

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

52 カラム温度：25℃付近の一定温度

53 移動相A：リン酸二水素アンモニウム溶液(17→  
54 100)200mLに水510mLを加え、2mol/L水酸化ナトリ  
55 ウム試液を加えてpH5.3に調整する。この液にアセト  
56 ニトリル315mLを加える。

57 移動相B：アセトニトリル/水混液(7：3)

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～38	100	0
38～39	100→90	0→10
39～80	90	10

60 流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約21分になる  
61 ように調整する。

62 システム適合性

63 検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、移動相Aを加  
64 えて正確に10mLとする。この液20μLから得たロキ  
65 シスロマイシンのピーク面積が、標準溶液のロキシス  
66 ロマイシンのピーク面積の15～25%になることを確  
67 認する。

68 システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及びN-デ  
69 メチルロキシスロマイシン5mgをとり、移動相Aに溶  
70 かして100mLとする。この液20μLにつき、上記の条  
71 件で操作するとき、N-デメチルロキシスロマイシン、  
72 ロキシスロマイシンの順に溶出し、その分離度は6以  
73 上である。

74 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
75 で試験を5回繰り返すとき、ロキシスロマイシンのピ  
76 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

77 水分(2.48) 3.0%以下(0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。

78 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。

79 定量法 本品及びロキシスロマイシン標準品約20mg(力価)に  
80 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  
81 に10mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び  
82 標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で、液体クロマ  
83 トグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のロ  
84 キシスロマイシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求める。

85 ロキシスロマイシン( $C_{41}H_{76}N_2O_{15}$ )の量[μg(力価)]

$$86 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

87  $M_S$ ：ロキシスロマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

88 試験条件

89 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205nm)

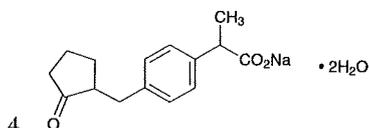
## 2 ロキシシロマイシン

- 90 カラム：内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管に5 $\mu$ m  
91 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
92 リカゲルを充てんする。  
93 カラム温度：25℃付近の一定温度  
94 移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液(17→  
95 100)200mLに水510mLを加え，2mol/L水酸化ナトリ  
96 ウム試液を加えてpH5.3に調整する。この液にアセト  
97 ニトリル315mLを加える。  
98 流量：ロキシシロマイシンの保持時間が約11分になる  
99 ように調整する。  
100 システム適合性  
101 システムの性能：ロキシシロマイシン標準品及び*N*-デ  
102 メチルロキシシロマイシン5mgをとり，移動相に溶か  
103 して100mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
104 で操作するとき，*N*-デメチルロキシシロマイシン，  
105 ロキシシロマイシンの順に溶出し，その分離度は6以  
106 上で，ロキシシロマイシンのピークのシンメトリー係  
107 数は1.5以下である。  
108 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき，上記の条件  
109 で試験を6回繰り返すとき，ロキシシロマイシンのピ  
110 ーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。  
111 貯法 容器 気密容器。

1 ロキソプロフェンナトリウム水和物

2 Loxoprofen Sodium Hydrate

3 ロキソプロフェンナトリウム



5 C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>NaO<sub>3</sub> · 2H<sub>2</sub>O : 304.31

6 Monosodium 2-[4-[(2-

7 oxocyclopentyl)methyl]phenyl]propanoate dihydrate

8 [80382-23-6]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ロキソプロ  
10 フェンナトリウム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>NaO<sub>3</sub> : 268.28)98.5%以上を含む。

11 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。

12 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  
13 (95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

15 本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液  
16 のpHは6.5～8.5である。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→55000)につき、紫外可視吸光度測  
19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク  
20 トルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペク  
21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

26 (3) 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応  
27 (1.09)を呈する。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色～  
30 微黄色澄明で、その色は薄めた色の比較液A(1→2)より濃く  
31 ない。

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

35 (3) 類縁物質 本品1.0gをメタノール10mLに溶かし、試  
36 料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加  
37 えて正確に200mLとし、標準溶液とする。これらの液につ  
38 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試  
39 料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用  
40 シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポット  
41 する。次に1,2-ジクロロエタン/酢酸(100)混液(9 : 1)を展  
42 開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これ  
43 に紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た  
44 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  
45 り濃くない。

46 水分(2.48) 11.0～13.0%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)。

47 定量法 本品約60mgを精密に量り、薄めたメタノール(3→5)  
48 に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、

49 内標準溶液10mLを正確に加え、更に薄めたメタノール(3→  
50 5)を加えて100mLとし、試料溶液とする。別にロキソプロ  
51 フェン標準品をデシケーター(減圧, 60℃)で3時間乾燥し、  
52 その約50mgを精密に量り、薄めたメタノール(3→5)に溶か  
53 し、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、以下  
54 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  
55 準溶液10μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー  
56 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す  
57 るロキソプロフェンのピーク面積の比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求める。

58 ロキソプロフェンナトリウム(C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>NaO<sub>3</sub>)の量(mg)

59 = M<sub>S</sub> × Q<sub>T</sub> / Q<sub>S</sub> × 1.089

60 M<sub>S</sub> : ロキソプロフェン標準品の秤取量(mg)

61 内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール(3→5)溶  
62 液(7→50000)

63 試験条件

64 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 222nm)

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

68 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

69 移動相 : メタノール/水/酢酸(100)/トリエチルアミ  
70 ン混液(600 : 400 : 1 : 1)

71 流量 : ロキソプロフェンの保持時間が約7分になるよう  
72 に調整する。

73 システム適合性

74 システムの性能 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
75 操作するとき、ロキソプロフェン、内標準物質の順に  
76 溶出し、その分離度は10以上である。

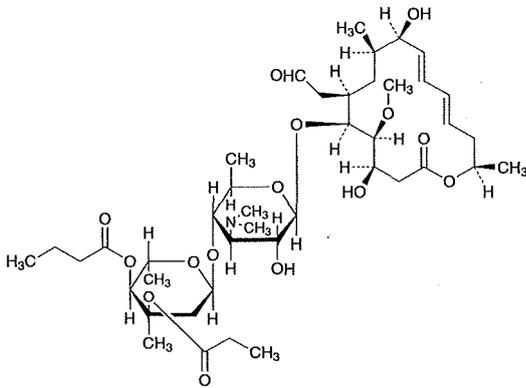
77 システムの再現性 : 標準溶液10μLにつき、上記の条件  
78 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積  
79 に対するロキソプロフェンのピーク面積の比の相対標  
80 準偏差は1.0%以下である。

81 貯法 容器 気密容器。

1 ロキタマイシン

1 ロキタマイシン

2 Rokitamycin



3

4 C<sub>42</sub>H<sub>69</sub>NO<sub>15</sub> : 827.99

5 (3R,4S,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-5-[4-O-Butanoyl-

6 2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-propanoyl-α-L-ribo-

7 hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-

8 glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-

9 methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

10 [74014-51-0]

11 本品は、*Streptomyces kitasatoensis*の変異株の培養によ  
12 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ロイ  
13 コマイシンA<sub>5</sub>の誘導体である。

14 本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり900～  
15 1050μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ロキタマイ  
16 シン(C<sub>42</sub>H<sub>69</sub>NO<sub>15</sub>)としての量を質量(力価)で示す。

17 性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

18 本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく、  
19 エタノール(99.5)又はアセトニトリルに溶けやすく、水にほ  
20 とんど溶けない。

21 確認試験

22 (1) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視  
23 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
24 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標  
25 準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較する  
26 とき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の  
27 吸収を認める。

28 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
29 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
30 品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品のスペクトル  
31 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  
32 様の強度の吸収を認める。

33 (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  
34 ルム溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テト  
35 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  
36 測定法(2.21)により<sup>1</sup>Hを測定するとき、δ 1.4ppm付近、δ  
37 2.5ppm付近、δ 3.5ppm付近及びδ 9.8ppm付近にそれぞれ  
38 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  
39 強度比A : B : C : Dはほぼ3 : 6 : 3 : 1である。

40 純度試験

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

44 (2) 類縁物質 本品50mgをアセトニトリル50mLに溶か  
45 し、試料溶液とする。試料溶液3mLを正確に量り、アセト  
46 ニトリルを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試  
47 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  
48 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの  
49 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  
50 料溶液のロキタマイシンに対する相対保持時間が約0.72の3''  
51 -O-プロピオニルロイコマイシンA<sub>7</sub>、約0.86の3''-O-プロ  
52 プロピオニルイソロイコマイシンA<sub>5</sub>及び約1.36の3''-O-プロ  
53 プロピオニルロイコマイシンA<sub>1</sub>のピーク面積はそれぞれ標準溶  
54 液のロキタマイシンのピーク面積より大きくなく、試料溶液  
55 のロキタマイシン、3''-O-プロピオニルロイコマイシンA<sub>7</sub>、  
56 3''-O-プロピオニルイソロイコマイシンA<sub>5</sub>、3''-O-プロ  
57 プロピオニルロイコマイシンA<sub>1</sub>以外のピークの面積は標準溶液  
58 のロキタマイシンのピーク面積の23/100より大きくない。  
59 また、ロキタマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液の  
60 ロキタマイシンのピーク面積の3倍より大きくない。

61 試験条件

62 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

63 カラム：内径4.0mm、長さ15cmのステンレス管に5μm  
64 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
65 リカゲルを充てんする。

66 カラム温度：55℃付近の一定温度

67 移動相：メタノール/薄めた0.5mol/L酢酸アンモニウ  
68 ム試液(2→5)/アセトニトリル混液(124 : 63 : 13)

69 流量：ロキタマイシンの保持時間が約11分になるよう  
70 に調整する。

71 面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキタマイシンの  
72 保持時間の約2.5倍の範囲

73 システム適合性

74 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、アセトニト  
75 リルを加えて正確に10mLとする。この液5μLから得  
76 たロキタマイシンのピーク面積が、標準溶液のロキタ  
77 マイシンのピーク面積の7～13%になることを確認す  
78 る。

79 システムの性能：試料溶液5μLにつき、上記の条件で操  
80 作するとき、ロキタマイシンの理論段数及びシンメト  
81 リー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下である。

82 システムの再現性：標準溶液5μLにつき、上記の条件で  
83 試験を6回繰り返すとき、ロキタマイシンのピーク面  
84 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 水分(2.48) 3.0%以下(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

86 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1g)。

87 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  
88 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

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

90 (ii) 培地 培地(1)の3)のiを用いる。ただし、滅菌後の  
91 pHは7.8～8.0とする。

92 (iii) 標準溶液 ロキタマイシン標準品約40mg(力価)に対応  
93 する量を精密に量り、メタノール50mLに溶かし、pH4.5の  
94 0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100mLとし、標準

## 2 ロキタマイシン

- 95 原液とする。標準原液は5℃以下に保存し、10日以内に使用  
96 する。用時、標準原液適量を正確に量り、ポリソルベート  
97 80を0.01%含有するpH8.0の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加え  
98 て1mL中に2 $\mu$ g(力価)及び0.5 $\mu$ g(力価)を含むように薄め、高  
99 濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。
- 100 (iv) 試料溶液 本品約40mg(力価)に対応する量を精密に量  
101 り、メタノール50mLに溶かし、pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩  
102 緩衝液を加えて正確に100mLとする。この液適量を正確に  
103 量り、ポリソルベート80を0.01%含有するpH8.0の0.1mol/L  
104 リン酸塩緩衝液を加えて1mL中に2 $\mu$ g(力価)及び0.5 $\mu$ g(力価)  
105 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  
106 る。
- 107 貯法 容器 気密容器。

## 1 ロキタマイシン錠

## 2 Rokitamycin Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に  
4 対応するロキタマイシン(C<sub>42</sub>H<sub>69</sub>NO<sub>15</sub>：827.99)を含む。

5 製法 本品は「ロキタマイシン」をとり、錠剤の製法により製  
6 する。

7 確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ロキタマイシン」  
8 10mg(力価)に対応する量を取り、メタノール20mLを加え、  
9 必要ならば遠心分離する。この液1mLにメタノールを加え  
10 て25mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ  
11 り吸収スペクトルを測定するとき、波長230～233nmに吸収  
12 の極大を示す。

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

15 本品1個をとり、水50mLを加え、崩壊させる。次にメタ  
16 ノール10mLを加え、よく振り混ぜた後、水を加えて正確に  
17 100mLとする。この液を必要ならば遠心分離し、孔径  
18 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  
19 5mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、1mL中に「ロキ  
20 タマイシン」約20μg(力価)を含む液となるように水を加えて  
21 正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にロキタマイシン  
22 標準品約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノー  
23 ル10mLに溶かした後、水を加えて正確に100mLとする。こ  
24 の液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準  
25 溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、  
26 紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長  
27 232nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

28 ロキタマイシン(C<sub>42</sub>H<sub>69</sub>NO<sub>15</sub>)の量[mg(力価)]  
29  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 10$

30 M<sub>S</sub>：ロキタマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

31 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
32 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は  
33 80%以上である。

34 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
35 20mL以上をとり、孔径0.5μm以下のメンブランフィルター  
36 でろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正  
37 確に量り、表示量に従い1mL中に「ロキタマイシン」約  
38 22μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mL  
39 とし、試料溶液とする。別にロキタマイシン標準品約  
40 22mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール10mLに  
41 溶かした後、水を加えて正確に100mLとする。この液5mL  
42 を正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とす  
43 る。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視  
44 吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長232nmにおけ  
45 る吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

46 ロキタマイシン(C<sub>42</sub>H<sub>69</sub>NO<sub>15</sub>)の表示量に対する溶出率(%)  
47  $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

48 M<sub>S</sub>：ロキタマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

49 C：1錠中のロキタマイシン(C<sub>42</sub>H<sub>69</sub>NO<sub>15</sub>)の表示量[mg(力  
50 価)]

51 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  
52 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

53 (i) 試験菌、培地及び標準溶液は「ロキタマイシン」の定  
54 量法を準用する。

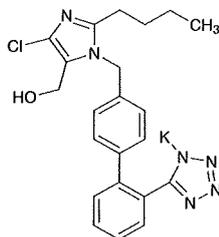
55 (ii) 試料溶液 本品20個以上をとり、その質量を精密に量  
56 り、粉末とする。「ロキタマイシン」約40mg(力価)に対応  
57 する量を精密に量り、メタノール50mLを加えて激しく振り  
58 混ぜた後、pH4.5の0.1mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に  
59 100mLとし、必要ならば遠心分離する。この液適量を正確  
60 に量り、ポリソルベート80 0.1gにpH8.0の0.1mol/Lリン酸  
61 塩緩衝液を加えて1000mLとした液を加えて1mL中に2μg(力  
62 価)及び0.5μg(力価)を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び  
63 低濃度試料溶液とする。

64 貯法 容器 気密容器。

65 有効期間 製造後24箇月。

1 ロサルタンカリウム

2 Losartan Potassium



3

4 C<sub>22</sub>H<sub>22</sub>ClKN<sub>6</sub>O : 461.00

5 Monopotassium 5-[[4'-(2-butyl-4-chloro-5-hydroxymethyl-

6 1*H*-imidazol-1-yl)methyl]biphenyl-2-yl]-1*H*-tetrazol-1-ide

7 [124750-99-8]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ロサルタン  
9 カリウム(C<sub>22</sub>H<sub>22</sub>ClKN<sub>6</sub>O)98.5～101.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール  
12 (99.5)に溶けやすい。

13 確認試験

14 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
15 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
16 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロサルタンカリウ  
17 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  
18 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  
19 度の吸収を認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
21 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
22 品の参照スペクトル又はロサルタンカリウム標準品のスペク  
23 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところ  
24 に同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品はカリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

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

28 純度試験

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

32 (2) 類縁物質 本品30mgをメタノール100mLに溶かし、  
33 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを  
34 加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び  
35 標準溶液10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト  
36 グラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々  
37 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  
38 溶媒のピーク及びロサルタン以外のピークの面積は、標準溶  
39 液のロサルタンのピーク面積の1/10より大きくない。また  
40 試料溶液のロサルタン以外のピークの合計面積は、標準溶液  
41 のロサルタンのピーク面積の3/10より大きくない。

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

44 カラム：内径4mm、長さ25cmのステンレス管に5μmの

45 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
46 カゲルを充てんする。

47 カラム温度：25℃付近の一定温度

48 移動相A：薄めたリン酸(1→1000)

49 移動相B：アセトニトリル

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0～25	75→10	25→90
25～35	10	90

52 流量：毎分1.0mL

53 面積測定範囲：試料溶液注入後35分間

54 システム適合性

55 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、メタノール  
56 を加えて正確に10mLとする。この液10μLから得た  
57 ロサルタンのピーク面積が、標準溶液のロサルタンの  
58 ピーク面積の7～13%になることを確認する。

59 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
60 操作するとき、ロサルタンのピークの理論段数及びシン  
61 ンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、1.3以下  
62 である。

63 システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件  
64 で試験を6回繰り返すとき、ロサルタンのピーク面積  
65 の相対標準偏差は2.0%以下である。

66 (3) 残留溶媒 別に規定する。

67 水分(2.48) 0.5%以下(0.25g、容量滴定法、直接滴定)。

68 定量法 本品及びロサルタンカリウム標準品(別途本品と同様  
69 の方法で水分(2.48)を測定しておく)約25mgずつを精密に  
70 量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に100mLとし、  
71 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL  
72 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
73 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のロサルタンのピ  
74 ーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

75 ロサルタンカリウム(C<sub>22</sub>H<sub>22</sub>ClKN<sub>6</sub>O)の量(mg)

76 = M<sub>S</sub> × A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>

77 M<sub>S</sub>：脱水物に換算したロサルタンカリウム標準品の秤取  
78 量(mg)

79 試験条件

80 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

81 カラム：内径4mm、長さ25cmのステンレス管に5μmの  
82 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリ  
83 カゲルを充てんする。

84 カラム温度：35℃付近の一定温度

85 移動相：薄めたリン酸(1→1000)/アセトニトリル混液  
86 (3：2)

87 流量：ロサルタンの保持時間が約6分になるように調整  
88 する。

89 システム適合性

90 システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で  
91 操作するとき、ロサルタンのピークの理論段数及びシン  
92 ンメトリー係数は、それぞれ5500段以上、1.4以下で

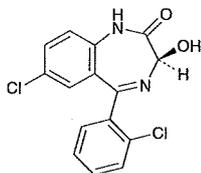
## 2 ロサルタンカリウム

- 93 ある。
- 94 システムの再現性：標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 95 で試験を6回繰り返すとき、ロサルタンのピーク面積
- 96 の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 97 貯法 容器 気密容器。

1 ロラゼパム

1 ロラゼパム

2 Lorazepam



及び鏡像異性体

4 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : 321.16

5 (3*R*S)-7-Chloro-5-(2-chlorophenyl)-3-hydroxy-

6 1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

7 [846-49-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ロラゼパム  
9 (C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)98.5%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

11 本品はエタノール(95)又はアセトンにやや溶けにくく、ジ  
12 エチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 本品は光によって徐々に着色する。

14 確認試験

15 (1) 本品0.02gに希塩酸15mLを加え、5分間煮沸し、冷却  
16 した液は芳香族第一アミンの定性反応(1.09)を呈する。

17 (2) 本品のエタノール(95)溶液(1→200000)につき、紫外  
18 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、  
19 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、  
20 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を  
21 認める。

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

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

28 吸光度(2.24)  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (229nm) : 1080~1126(乾燥後, 1mg, エ  
29 タノール(95), 200mL).

30 純度試験

31 (1) 塩化物(1.03) 本品1.0gに水50mLを加え、時々振り  
32 混ぜながら1時間放置した後、ろ過する。ろ液25mLをとり、  
33 希硝酸6mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、  
34 試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを加える  
35 (0.014%以下)。

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

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

41 (4) 類縁物質 本品0.10gをエタノール(95)20mLに溶かし、  
42 試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノール(95)  
43 を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液  
44 につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。  
45 試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを薄層クロマトグラフィー  
46 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

47 トする。次にクロロホルム/1,4-ジオキサン/酢酸(100)混  
48 液(91 : 5 : 4)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板  
49 を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、  
50 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  
51 ら得たスポットより濃くない。

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

53 強熱残分(2.44) 0.3%以下(1g)。

54 定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、アセトン  
55 50mLに溶かし、0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロ  
56 キシド液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空  
57 試験を行い、補正する。

58 0.1mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド液1mL  
59 = 32.12mg C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

60 貯法

61 保存条件 遮光して保存する。

62 容器 気密容器。

## 1 ワイル病秋やみ混合ワクチン

### 1 ワイル病秋やみ混合ワクチン

#### 2 Weil's Disease and Akiyami Combined Vaccine

3 本品は不活化したワイル病レプトスピラ，秋やみAレプト  
4 スピラ，秋やみBレプトスピラ及び秋やみCレプトスピラを  
5 含む液状の注射剤である。

6 本品は必要ならば1種以上の秋やみレプトスピラを除いた  
7 製剤とすることができる。

8 本品は生物学的製剤基準のワイル病秋やみ混合ワクチンの  
9 条に適合する。

10 性状 本品は白濁した液である。

## 1 黄色ワセリン

### 1 黄色ワセリン

#### 2 Yellow Petrolatum

3 本品は石油から得た炭化水素類の混合物を精製したもので  
4 ある。

5 性状 本品は黄色の全質均等の軟膏よう物質で、におい及び味  
6 はない。

7 本品はエタノール(95)に溶けにくく、水にほとんど溶けな  
8 い。

9 本品はジエチルエーテル、石油ベンジン又はテレピン油に  
10 澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける。

11 本品は加温するとき、黄色の澄明な液となり、この液はわ  
12 ずかに蛍光を発する。

13 融点 (2.60) 38~60°C(第3法)。

#### 14 純度試験

15 (1) 色 本品を加温して溶かし、その5mLを試験管にと  
16 り、液状を保たせるとき、液の色は次の比較液より濃くない。  
17 比色に際しては白色の背景を用い、反射光線で側方から比色  
18 する。

19 比較液：塩化鉄(III)の色の比較原液3.8mLに塩化コバルト  
20 (II)の色の比較原液1.2mLを加える。

21 (2) 酸又はアルカリ 本品35.0gに熱湯100mLを加え、5  
22 分間激しく振り混ぜて水層を分取し、ワセリン層は更に熱湯  
23 50mLずつで2回同様に操作し、水層を合わせ、フェノール  
24 フタレイン試液1滴を加えて煮沸するとき、液は赤色を呈し  
25 ない。更にメチルオレンジ試液2滴を加えるとき、液は赤色  
26 を呈しない。

27 (3) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
28 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
29 下)。

30 (4) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
31 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
32 タノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後、過酸化水素  
33 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(2ppm以下)。

34 (5) イオウ化合物 本品4.0gにエタノール(99.5)2mLを加  
35 え、水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(II)を飽和した澄  
36 明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜながら70°Cで10分間加  
37 熱した後、放冷するとき、液は暗色を呈しない。

38 (6) 有機酸類 本品20.0gをとり、あらかじめフェノール  
39 フタレイン試液1滴を加え淡赤色を呈するまで0.01mol/L水  
40 酸化ナトリウム液を加えた希エタノール100mLを加え、還  
41 流冷却器を付け10分間煮沸し、フェノールフタレイン試液2  
42 ~3滴を加え、激しく振り混ぜながら0.1mol/L水酸化ナトリ  
43 ウム液0.40mLを滴加するとき、液の色は赤色である。

44 (7) 油脂又は樹脂 本品10.0gに水酸化ナトリウム溶液(1  
45 →5)50mLを加え、還流冷却器を付け、30分間煮沸し、冷後、  
46 水層を分取し、必要ならばろ過し、希硫酸200mLを加える  
47 とき、油状の物質又は沈殿を生じない。

48 強熱残分 (2.44) 0.05%以下(2g)。

49 貯法 容器 気密容器。

## 1 白色ワセリン

### 1 白色ワセリン

#### 2 White Petrolatum

3 本品は石油から得た炭化水素類の混合物を脱色して精製し  
4 たものである。

5 性状 本品は白色～微黄色の全質均等の軟膏様の物質で、にお  
6 い及び味はない。

7 本品は水、エタノール(95)又はエタノール(99.5)にほとん  
8 ど溶けない。

9 本品はジエチルエーテルに澄明又はわずかに不溶分を残し  
10 て溶ける。

11 本品は加温するとき、澄明な液となる。

12 融点 (2.60) 38～60℃(第3法)。

#### 13 純度試験

14 (1) 色 本品を加温して溶かし、その5mLを試験管にと  
15 り、液状を保たせるとき、液の色は次の比較液より濃くない。  
16 比色に際しては白色の背景を用い、反射光線で側方から比色  
17 する。

18 比較液：塩化鉄(III)の色の比較原液1.6mLに水3.4mLを加  
19 える。

20 (2) 酸又はアルカリ 本品35.0gに熱湯100mLを加え、5  
21 分間激しく振り混ぜて水層を分取し、ワセリン層は更に熱湯  
22 50mLずつで2回同様に操作し、水層を合わせ、フェノール  
23 フタレイン試液1滴を加えて煮沸するとき、液は赤色を呈し  
24 ない。更にメチルオレンジ試液2滴を加えるとき、液は赤色  
25 を呈しない。

26 (3) 重金属 (1.07) 本品1.0gをとり、第2法により操作し、  
27 試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える(30ppm以  
28 下)。

29 (4) ヒ素 (1.11) 本品1.0gをとり、第3法により検液を調  
30 製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエ  
31 タノール(95)溶液(1→50)10mLを加えた後、過酸化水素  
32 (30)1.5mLを加え、点火して燃焼させる(2ppm以下)。

33 (5) イオウ化合物 本品4.0gにエタノール(99.5)2mLを加  
34 え、水酸化ナトリウム溶液(1→5)に酸化鉛(II)を飽和した澄  
35 明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜながら70℃で10分間加  
36 熱した後、放冷するとき、液は暗色を呈しない。

37 (6) 有機酸類 本品20.0gをとり、あらかじめフェノール  
38 フタレイン試液1滴を加え淡赤色を呈するまで0.01mol/L水  
39 酸化ナトリウム液を加えた希エタノール100mLを加え、還  
40 流冷却器を付け10分間煮沸し、フェノールフタレイン試液2  
41 ～3滴を加え、激しく振り混ぜながら0.1mol/L水酸化ナトリ  
42 ウム液0.40mLを滴加するとき、液の色は赤色である。

43 (7) 油脂又は樹脂 本品10.0gに水酸化ナトリウム溶液(1  
44 →5)50mLを加え、還流冷却器を付け、30分間煮沸し、冷後、  
45 水層を分取し、必要ならばろ過し、希硫酸200mLを加える  
46 とき、油状の物質又は沈殿を生じない。

47 強熱残分 (2.44) 0.05%以下(2g)。

48 貯法 容器 気密容器。

1 親水ワセリン

1 親水ワセリン

2 Hydrophilic Petrolatum

3 製法

サラシミツロウ	80g
ステアリルアルコール又はセタノール	30g
コレステロール	30g
白色ワセリン	適量
全量	1000g

4 本品は「ステアリルアルコール」又は「セタノール」，  
5 「サラシミツロウ」及び「白色ワセリン」を水浴上で加温し  
6 て溶かし、かき混ぜ、これに「コレステロール」を加えて完  
7 全に溶けるまでかき混ぜた後、加温をやめ、固まるまでよく  
8 かき混ぜて製する。

9 性状 本品は白色で、わずかに特異なおいがある。

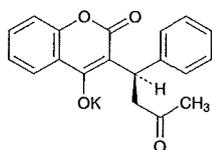
10 本品に等量の水を混和しても、なお軟膏様の稠度を保つ。

11 貯法 容器 気密容器。

1 ワルファリンカリウム

1 ワルファリンカリウム

2 Warfarin Potassium



及び鏡像異性体

4 C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub> : 346.42

5 Monopotassium(1*RS*)-2-oxo-3-(3-oxo-

6 1-phenylbutyl)chromen-4-olate

7 [2610-86-8]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、ワルファリンカリウ  
9 ム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)98.0~102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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

13 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

14 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.2~8.3である。  
15 本品は光によって淡黄色となる。

16 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.02mol/L水酸化カリウム試液溶液(1→  
19 100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス  
20 pektルを測定し、本品のspektrルと本品の参照spektrル  
21 又はワルファリンカリウム標準品について同様に操作して  
22 得られたspektrルを比較するとき、両者のspektrルは同  
23 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収spektrル測定法(2.25)の  
25 臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のspektrルと  
26 本品の参照spektrル又は乾燥したワルファリンカリウム標  
27 準品のspektrルを比較するとき、両者のspektrルは同一  
28 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品の水溶液(1→250)はカリウム塩の定性反応(1)  
30 (1.09)を呈する。

31 純度試験

32 (1) アルカリ呈色物 本品1.0gを水酸化ナトリウム溶液(1  
33 →20)に溶かし、正確に10mLとする。この液につき、水酸  
34 化ナトリウム溶液(1→20)を対照とし、15分以内に紫外可視  
35 吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長385nmに  
36 おける吸光度は、0.20以下である。

37 (2) 重金属(1.07) 本品2.0gをエタノール(95)30mLに溶  
38 かし、希酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする。  
39 これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液2.0mLに希  
40 酢酸2mL及びエタノール(95)を加えて50mLとする(10ppm  
41 以下)。

42 (3) 類縁物質 本品0.10gを水/メタノール混液(3:  
43 1)100mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に  
44 量り、水/メタノール混液(3:1)を加えて正確に100mLと  
45 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μLずつを正  
46 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ  
47 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

48 法により測定するとき、試料溶液のワルファリン以外のピー  
49 クの面積は、標準溶液のワルファリンのピーク面積の1/10  
50 より大きくない。また、試料溶液のワルファリン以外のピー  
51 クの合計面積は標準溶液のワルファリンのピーク面積の1/  
52 2より大きくない。

53 試験条件

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

56 面積測定範囲：溶媒のピークの後からワルファリンの保  
57 持時間の約2倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液1mLを正確に量り、水/メタノ  
60 ール混液(3:1)を加えて正確に20mLとする。この液  
61 20μLから得たワルファリンのピーク面積が、標準溶  
62 液のワルファリンのピーク面積の3.5~6.5%になるこ  
63 とを確認する。

64 システムの性能：パラオキシ安息香酸プロピル20mgを  
65 メタノール50mLに溶かし、水を加えて200mLとする。  
66 この液5mLに本品の水/メタノール混液(3:1)溶液(1  
67 →2000)4mLを加え、更に水/メタノール混液(3:1)  
68 を加えて100mLとする。この液20μLにつき、上記の  
69 条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸プロピル、  
70 ワルファリンの順に溶出し、その分離度は7以上でシ  
71 ンメトリー係数は1.5以下である。

72 システムの再現性：標準溶液20μLにつき、上記の条件  
73 で試験を6回繰り返すとき、ワルファリンのピーク面  
74 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

75 乾燥減量(2.41) 4.5%以下(1g, 105°C, 3時間)。

76 定量法 本品及びワルファリンカリウム標準品を乾燥し、その  
77 約25mgずつを精密に量り、それぞれを水/メタノール混液  
78 (3:1)に溶かし、正確に50mLとする。この液10mLずつを  
79 正確に量り、それぞれに水/メタノール混液(3:1)を加えて  
80 正確に50mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液  
81 及び標準溶液20μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ  
82 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の  
83 ワルファリンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

84 
$$\text{ワルファリンカリウム(C}_{19}\text{H}_{15}\text{K O}_4\text{)の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

85 M<sub>S</sub> : ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

86 試験条件

87 検出器：紫外吸光度計(測定波長：260nm)

88 カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に5μm  
89 の液体クロマトグラフィー用シアプロピルシリル化  
90 シリカゲルを充てんする。

91 カラム温度：40°C付近の一定温度

92 移動相：水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(68:32:  
93 1)

94 流量：ワルファリンの保持時間が約10分になるように  
95 調整する。

96 システム適合性

97 システムの性能：標準溶液20μLにつき、上記の条件で  
98 操作するとき、ワルファリンのピークの理論段数及び  
99 シンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、1.5以下

## 2 ワルファリンカリウム

- 100 である。
- 101 システムの再現性：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件
- 102 で試験を6回繰り返すとき、ワルファリンのピーク面
- 103 積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 104 貯法
- 105 保存条件 遮光して保存する。
- 106 容器 気密容器。

## 1 ワルファリンカリウム錠

## 2 Warfarin Potassium 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 ワルファリンカリウム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>: 346.42)を含む。

5 製法 本品は「ワルファリンカリウム」をとり、錠剤の製法に  
6 より製する。

## 7 確認試験

8 (1) 定量法のT<sub>2</sub>液につき、0.02mol/L水酸化カリウム試液  
9 を対照として紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ  
10 クトルを測定するとき、波長306~310nmに吸収の極大を示  
11 し、258~262nmに吸収の極小を示す。また、定量法のT<sub>1</sub>液  
12 につき、0.02mol/L塩酸試液を対照として紫外可視吸光度測  
13 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長281  
14 ~285nm及び303~307nmに吸収の極大を示し、243~  
15 247nmに吸収の極小を示す。

16 (2) 本品の表示量に従い「ワルファリンカリウム」0.01g  
17 に対応する量を取り、アセトン10mLを加えて振り混ぜ、ろ  
18 過する。ろ液を水浴上で加温してアセトンを蒸発する。残留  
19 物にジエチルエーテル10mL及び希塩酸2mLを加えて振り混  
20 ぜるとき、水層はカリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

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

23 本品1個をとり、粉末とし、水40mLを加えて30分間激し  
24 く振り混ぜた後、1mL中にワルファリンカリウム  
25 (C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)約20µgを含む液となるように水を加えて正確に  
26 V mLとし、ろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液を  
27 試料溶液とする。別にワルファリンカリウム標準品を105°C  
28 で3時間乾燥し、その約40mgを精密に量り、水に溶かし、  
29 正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加え  
30 て正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準  
31 溶液20mLずつを正確に量り、それぞれに0.05mol/L塩酸試  
32 液を加えて正確に25mLとし、T<sub>1</sub>液及びS<sub>1</sub>液とする。別に試  
33 料溶液及び標準溶液20mLずつを正確に量り、それぞれに  
34 0.05mol/L水酸化カリウム試液を加えて正確に25mLとし、  
35 T<sub>2</sub>液及びS<sub>2</sub>液とする。T<sub>1</sub>液についてはT<sub>2</sub>液を対照とし、S<sub>1</sub>液  
36 についてはS<sub>2</sub>液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)  
37 により試験を行う。T<sub>1</sub>液及びS<sub>1</sub>液の波長272nmにおける吸  
38 光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

39 ワルファリンカリウム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)の量(mg)

$$40 = M_S \times A_T / A_S \times V / 2000$$

41 M<sub>S</sub>: ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

42 溶出性(6.10) 試験液に水900mLを用い、パドル法により、  
43 毎分50回転で試験を行うとき、0.5mg錠、1mg錠及び2mg錠  
44 の15分間の溶出率及び5mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ  
45 80%以上である。

46 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液  
47 20mL以上をとり、孔径0.45µm以下のメンブランフィルタ  
48 ーでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを  
49 正確に量り、表示量に従い1mL中にワルファリンカリウム  
50 (C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)約0.56µgを含む液となるように水を加えて正確  
51 にV' mLとし、試料溶液とする。別にワルファリンカリウ

52 ム標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、  
53 水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量  
54 り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正  
55 確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。  
56 試料溶液及び標準溶液100µLずつを正確にとり、次の条件で  
57 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ  
58 れの液のワルファリンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

59 ワルファリンカリウム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率  
60 (%)

$$61 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 4$$

62 M<sub>S</sub>: ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

63 C: 1錠中のワルファリンカリウム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)の表示量  
64 (mg)

## 65 試験条件

66 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 283nm)  
67 カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5µm  
68 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ  
69 リカゲルを充てんする。  
70 カラム温度: 35°C付近の一定温度  
71 移動相: メタノール/水/リン酸混液(700:300:1)  
72 流量: ワルファリンの保持時間が約6分になるように調  
73 整する。

## 74 システム適合性

75 システムの性能: 標準溶液100µLにつき、上記の条件で  
76 操作するとき、ワルファリンのピークの理論段数及び  
77 シンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下  
78 である。

79 システムの再現性: 標準溶液100µLにつき、上記の条件  
80 で試験を6回繰り返すとき、ワルファリンのピーク面  
81 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

82 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末  
83 とする。ワルファリンカリウム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)約4mgに対応す  
84 る量を精密に量り、水80mLを加えて15分間激しく振り混ぜ  
85 た後、水を加えて正確に100mLとする。この液をろ過し、  
86 初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に  
87 ワルファリンカリウム標準品を105°Cで3時間乾燥し、その  
88 約80mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。  
89 この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、  
90 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10mLずつを正確に  
91 量り、それぞれに0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に20mL  
92 とし、T<sub>1</sub>液及びS<sub>1</sub>液とする。別に試料溶液及び標準溶液  
93 10mLずつを正確に量り、それぞれに0.02mol/L水酸化カリ  
94 ウム試液を加えて正確に20mLとし、T<sub>2</sub>液及びS<sub>2</sub>液とする。  
95 T<sub>1</sub>液についてはT<sub>2</sub>液を対照とし、S<sub>1</sub>液についてはS<sub>2</sub>液を対照  
96 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行う。T<sub>1</sub>  
97 液及びS<sub>1</sub>液の波長272nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定す  
98 る。

99 ワルファリンカリウム(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>KO<sub>4</sub>)の量(mg)

$$100 = M_S \times A_T / A_S \times 1 / 20$$

101 M<sub>S</sub>: ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

## 102 貯法

2 ワルファリンカリウム錠

- 103 保存条件 遮光して保存する.
- 104 容器 気密容器.